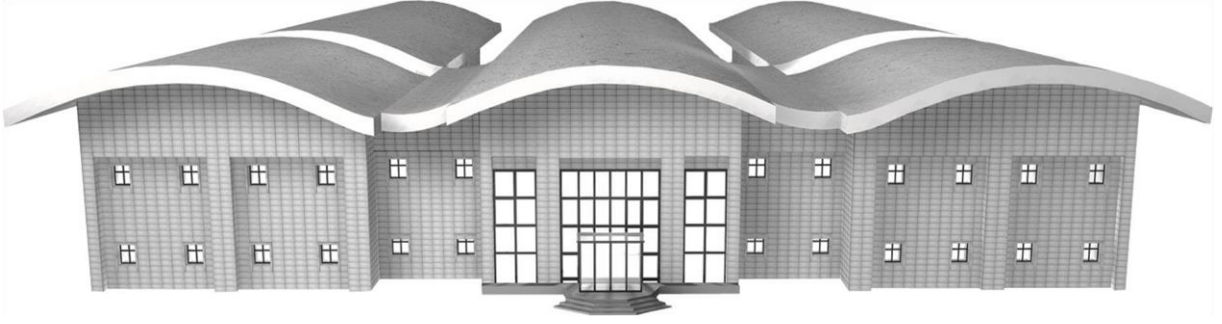




T.C.
GIDA TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĐI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

TS EN ISO/IEC 17043/4.8



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

Elma Püresinde Pestisit Aranması
UGRL YT Raporu-PES011
Nisan-Haziran 2018

GENEL BİLGİLER

YT Çevrimi Adı: Elma Püresinde Pestisit Aranması

YT Çevrimi Kodu: PES011

Test Materyali Gönderme Tarihi: 17/04/2018

Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 18/05/2018

Rapor Yayın Tarihi: 13/06/2018

Raporu Hazırlayan(lar):


H.Merve MANAV
Pestisit Birimi


Dr. Özge Ç. AÇAR
Pestisit Birimi


Fazıl DİLER
Pestisit Birimi

Çevrim Koordinatörü:


Fazıl DİLER
Pestisit Birim Sorumlusu

YT Koordinatörü:


Dr.M.Alp ÇETİNKAYA
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu

Raporu Onaylayan:


Dr.Berrin ŞENÖZ
MÜDÜR

YT Düzenleyici:

ULUSAL GIDA REFERANS LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ

Fatih Sultan Mehmet Bulvarı, No:70, 06170,

Yenimahalle – ANKARA

Tel.: 0312 327 41 81

Faks: 0312 327 41 56

e-posta: ugrl@tarim.gov.tr

Web: <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans>

İÇİNDEKİLER

ÖZET	5
1. GİRİŞ	7
2. GİZLİLİK.....	7
3. TEST MATERYALİ.....	8
3.1. HAZIRLAMA.....	8
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK	8
3.3. DAĞITIM.....	22
4. SONUÇLAR	22
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	23
5.1. ATANMIŞ DEĞER	23
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI.....	23
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME	23
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI	24
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	48
7. GÖZLEMLER	56
8. REFERANSLAR	57

TABLULAR

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	6
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme.....	10
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme	12
Tablo 4. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme.....	17
Tablo 5. Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi.....	25
Tablo 6. Atanmış değerler ve yeterlilik standart Sapmaları.....	26
Tablo 7. $ z \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	26
Tablo 8. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Bromopropylate, Chlordane, trans-).....	27
Tablo 9. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Clofentezine, DDD, p,p'-).....	29
Tablo 10. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Difenoconazole, Dimethoate).....	31
Tablo 11. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Fluopyram, HCH-alpha).....	33
Tablo 12. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Pirimicarb, Thiachloprid).....	35
Tablo 13. Katılımcılar tarafından bildirilen diğer pestisitler ($> 0,010$ mg/kg).....	36
Tablo 14. Katılımcı yorumları.....	37
Tablo 15. Katılımcı analiz bilgileri.....	48

ŞEKİLLER

Şekil 1. Bromopropylate için z-Skorları Histogramı.....	38
Şekil 2.Chlordane, trans- için z-Skorları Histogramı.....	39
Şekil 3. Clofentezine için z-Skorları Histogramı.....	40
Şekil 4. DDD, p,p'- için z-Skorları Histogramı.....	41
Şekil 5. Difenoconazole için z-Skorları Histogramı.....	42
Şekil 6. Dimethoate için z-Skorları Histogramı.....	43
Şekil 7. Fluopyram için z-Skorları Histogramı.....	44
Şekil 8. HCH-apha için z-Skorları Histogramı.....	45
Şekil 9.Pirimicarb için z-Skorları Histogramı.....	46
Şekil 10.Thiachloprid için z-Skorları Histogramı.....	47

ÖZET

Elma Püresinde Pestisit Aranması Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043¹ esas alınmıştır.

- Çevrim için başvuruda bulunan 52 katılımcıya, 17/04/2018 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 100 g blank ve 100 g test materyali (elma püresi) gönderilmiştir. Katılımcılardan 205 pestisit içeren hedef liste içerisinde test materyalinde yer alan pestisitleri bulmaları ve miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir.
- Test materyali şu pestisitleri içermektedir: Bromopropylate, Chlordane, trans-, Clofentezine, DDD, p,p’-, Difenconazole, Dimethoate, Fluopyram, HCH-alpha, Pirimicarb, Thiocloprid.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan PES011 kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’ ile toplanmıştır. 52 katılımcının tamamı analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına² uygun olarak, test materyalinde yer alan her bir pestisit için atanmış değer (X_{pt}), katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntemler ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) olarak belirlenmiştir.
- Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}), AB yeterlilik testlerinden elde edilen ve GKGM talimatı³ ile tüm laboratuvarlar tarafından raporlamada kullanılan ortalama relatif standart sapma değeri olan 0,25 kullanılarak hesaplanmıştır.
- Her bir katılımcı için z-skoru, atanmış değer (X_{pt}) ve yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) kullanılarak hesaplanmıştır. Eğer $|z| \leq 2$ ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.
- Elma Püresinde Pestisit Aranması Yeterlilik Testi sonuçları özeti Tablo 1’de verilmektedir.

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış değer (X_{pt}) (mg/kg)	$z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $z \leq 2$
Bromopropylate	0,110	46	48	96
Chlordane, trans-	0,041	34	37	92
Clofentezine	0,042	43	49	88
DDD, p,p'-	0,064	39	45	87
Difenoconazole	0,317	47	48	98
Dimethoate	0,036	50	51	98
Fluopyram	0,137	28	32	88
HCH-alpha	0,036	43	44	98
Pirimicarb	0,050	50	50	100
Thiacloprid	0,095	48	49	98

1. GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” standardında laboratuvarlar arası karşılaştırma yoluyla önceden ortaya konmuş ölçütlere göre katılımcının performansının değerlendirilmesi olarak tanımlanmaktadır. Yeterlilik testleri, katılımcı laboratuvarların yetkinliğinin bağımsız bir şekilde değerlendirilmesini amaçlamaktadır. Geçerliliği sağlanmış metotlarla ve iç kalite kontrol unsurları ile birlikte kullanıldıklarında yeterlilik testleri laboratuvar kalite güvencesinin vazgeçilmez bir unsurudur.

Yeterlilik testi sonuçları, bir dış kalite kontrol aracı olarak laboratuvarların deney sonuçlarının kalitesinin güvencesinin teminine olanak sağlarken; rutin analizlerin tarafsız olarak değerlendirilmesini ve çalışmaların teknik gelişimini teşvik eder, geri bildirimlerin elde edilmesine imkan tanır.

UGRL “Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü Kuruluş ve Görev Esaslarına Dair Yönetmelik”i Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkra b bendi hükmüne dayanarak laboratuvarlar arası karşılaştırma/yeterlilik testleri düzenler.

“Gıda Kontrol Laboratuvarlarının Kuruluş, Görev, Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarının Belirlenmesine Dair Yönetmelik” ‘in kontroller başlıklı 19’ uncu maddesi 1’ inci fıkrası hükmü gereği laboratuvarların yeterlilik testlerine katılımı zorunlu kılınmıştır.

2. GİZLİLİK

Gizlilik ilkesi doğrultusunda katılımcılar ve sonuçları ile ilgili bilgiler hiçbir koşul altında üçüncü taraflarla paylaşılmamaktadır.

Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü tarafından yeterlilik test çevrimine katılımı zorunlu tutulan katılımcılara ait sonuçlar Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü’ne gizli olarak bildirilmektedir.

3. TEST MATERYALİ

3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin hazırlanmasında 20 kg elma kullanılmıştır. Elmanın tamamı öğütülerek püre haline getirilmiş ve yaklaşık 10 kg elma püresi blank olarak kullanılmak üzere ayrılmıştır. Blank elma püresi analiz edilmiş ve 0,010 mg/kg raporlama limitine göre içerisinde herhangi bir pestisit kalıntısı tespit edilmemiştir. Test materyali hazırlanmasında kullanılmak üzere ayrılan yaklaşık 10 kg elma püresine; 10 farklı pestisit (Bromopropylate, Chlordane, trans-, Clofentezine, DDD, p,p'-, Difenconazole, Dimethoate, Fluopyram, HCH-alpha, Pirimicarb, Thiacloprid) içeren miks standart çözeltisi (spike çözeltisi) hazırlanmıştır. Elma püresi iyice karıştırılmak suretiyle homojenize edilmiştir. Daha sonra hazırlanan blank ve test materyali, yeterlilik test şişelerine en az 100'er g olacak şekilde aktararak numaralandırılmış ve numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar -20 °C'de muhafaza edilmiştir.

3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Yeterlilik test materyali ISO 13528 Standardı² esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 12 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Analizler LC/MS/MS (Clofentezine, Difenconazole, Dimethoate, Fluopyram, Pirimicarb, Thiacloprid) ve GC/MS/MS (Bromopropylate, Chlordane, trans-, DDD, p,p'-, HCH-alpha) cihazları ile gerçekleştirilmiş ve homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazlarda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

Homojenlik testinden elde edilen veriler “görsel olarak sapan değerler, değerlerde herhangi bir artış-azalma eğilimi, paraleller arası sapan değer” olup olmadığı açılarından kontrol edilmek üzere grafiğe geçirilmiş ve yapılan kontrollerde verilerin uygun olduğu görülmüştür. Görsel değerlendirmenin ardından homojenlik verileri aykırı değerler açısından Cochran testi ile değerlendirilmiş ve herhangi bir aykırı değer olmadığı tespit edilmiştir. İstatiksel değerlendirmede $s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$ koşulunun sağlanması homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir. σ_{pt} hesaplanmasında, AB yeterlilik testlerinden elde edilen ve GKGM talimatı³ ile tüm laboratuvarlar tarafından raporlamada kullanılan ortalama relatif standart sapma değeri olan 0,25 kullanılmıştır. Homojenlik testi için σ_{pt} , 0,25 relatif standart sapma değerinin homojenlik testi ortalaması ile çarpılması ile elde edilmiştir. Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır.

Homojenlik verileri ve istatiksel değerlendirme Tablo 2'de verilmektedir.

Yeterlilik test materyalinin kararlılığı, ISO 13528 Standardı² esas alınarak, çevrim süresi boyunca test materyalinin maruz kalacağı koşullara göre test edilmiştir. Yeterlilik testi sırasında farklı zamanlarda üçer örnek iki tekrarlı olarak analiz edilerek, elde edilen sonuçların ortalaması (\bar{y}) ile homojenlik testi verilerinden seçilen üç örneğe ait iki tekrarlı analiz sonuçları ortalaması (\bar{x}) arasındaki farka bakılmış ve $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0,3\sigma_{pt}$ koşuluna uygunluk değerlendirilmiştir. σ_{pt} değeri olarak homojenlik testinde belirlenen değer kullanılmıştır.

Kararlılık kontrolü için; yeterlilik test materyali gönderimi öncesi, yeterlilik test materyali kargo iletim günü, yeterlilik testi çevrimi ortası ve yeterlilik testi son sonuç bildirim tarihi sonrası olmak üzere toplam dört farklı zamanda deneyler gerçekleştirilmiştir. Bu deneylerden kargo iletim günü gerçekleştirilen deneyde analiz edilen örnekler, yeterlilik test materyallerinin kargoya verildiği gün oda sıcaklığına çıkarılarak kargonun teslim edilmesi için geçen en uzun süre boyunca oda sıcaklığında bekletilmiş örneklerdir. Bunun dışındaki örnekler -20 °C’de muhafaza edilmiş ve kararlılık testi yapılacağı gün oda sıcaklığına çıkarılarak analiz edilmiştir. Kararlılık testlerinde analiz edilen örnekler, tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazlarda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

Kararlılık testi verileri ayrıca F-testi ile de değerlendirilerek, çevrim süresi boyunca pestisit konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasında oluşan farkın istatistiksel olarak önemli olup olmadığı kontrol edilmiştir. Varyans analizinin kontrol ve karşıt hipotezleri şöyledir:

H_0 : Pestisit konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasındaki fark tesadüften ileri gelmektedir ve sıfır kabul edilebilir.

H_1 : En az iki örneğin, pestisit konsantrasyonu bakımından aralarındaki fark tesadüften ileri gelmemektedir.

Varyans analizi sonuçları incelendiğinde, F değerlerinin F_{kritik} değerlerinden küçük olduğu görülmüştür, dolayısıyla H_0 hipotezi kabul edilir. Pestisit konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasındaki fark tesadüften ileri gelmektedir ve sıfır kabul edilebilir.

Gerçekleştirilen kararlılık testi sonuçları, hazırlanan yeterlilik testi materyalinin çevrim süresi sonuna kadar yeterince kararlı olduğunu göstermektedir.

ISO 13528 Standardı² uyarınca gerçekleştirilen kararlılık testlerine ait veriler ve istatistiksel değerlendirme Tablo 3’te, kararlılık testi verilerinin F-testi ile değerlendirme sonuçları ise Tablo 4’te verilmektedir.

Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme (Bromopropylate, Chlordane,trans-, Clofentezine, DDD, p,p',Difenoconazole)

Sıra no	Bromopropylate (mg/kg)		Chlordane, trans- (mg/kg)		Clofentezine (mg/kg)		DDD, p,p'- (mg/kg)		Difenoconazole (mg/kg)	
	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2
1	0,127	0,148	0,041	0,048	0,053	0,048	0,083	0,098	0,295	0,288
2	0,129	0,115	0,042	0,040	0,049	0,050	0,086	0,075	0,280	0,283
3	0,151	0,132	0,041	0,040	0,053	0,048	0,091	0,082	0,289	0,287
4	0,139	0,119	0,046	0,037	0,059	0,049	0,092	0,078	0,305	0,287
5	0,132	0,140	0,041	0,047	0,056	0,055	0,082	0,094	0,304	0,294
6	0,121	0,156	0,038	0,043	0,055	0,051	0,080	0,092	0,293	0,302
7	0,146	0,155	0,046	0,045	0,055	0,056	0,088	0,091	0,290	0,302
8	0,119	0,166	0,037	0,048	0,053	0,052	0,073	0,100	0,295	0,305
9	0,167	0,130	0,053	0,040	0,053	0,056	0,105	0,078	0,302	0,312
10	0,146	0,157	0,043	0,049	0,050	0,063	0,090	0,097	0,288	0,292
11	0,149	0,175	0,045	0,050	0,050	0,055	0,092	0,105	0,295	0,298
12	0,162	0,125	0,050	0,037	0,054	0,057	0,097	0,076	0,305	0,299
Ortalama	0,142		0,044		0,053		0,089		0,295	
σ_{pt}	0,035		0,011		0,013		0,022		0,074	
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,011		0,003		0,004		0,007		0,022	
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,011		0,002		0,002		0,005		0,007	
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,019		0,005		0,004		0,011		0,006	
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,000		0,000		0,000		0,000		0,005	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER		GEÇER		GEÇER		GEÇER		GEÇER	

Tablo 2 (devamı). Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme (Dimethoate, Fluopyram, HCH-alpha, Pirimicarb, Thiacloprid)

Sıra no	Dimethoate (mg/kg)		Fluopyram (mg/kg)		HCH-alpha (mg/kg)		Pirimicarb (mg/kg)		Thiacloprid (mg/kg)	
	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2	Tekrar_1	Tekrar_2
1	0,038	0,038	0,194	0,186	0,045	0,056	0,059	0,057	0,132	0,128
2	0,037	0,038	0,169	0,169	0,048	0,044	0,055	0,057	0,126	0,128
3	0,039	0,039	0,178	0,168	0,051	0,043	0,058	0,059	0,133	0,130
4	0,038	0,039	0,182	0,169	0,053	0,045	0,055	0,058	0,133	0,130
5	0,038	0,038	0,187	0,192	0,050	0,054	0,058	0,058	0,131	0,130
6	0,038	0,038	0,191	0,188	0,048	0,057	0,056	0,059	0,127	0,133
7	0,037	0,038	0,188	0,187	0,055	0,057	0,057	0,058	0,129	0,132
8	0,038	0,037	0,189	0,193	0,047	0,067	0,056	0,059	0,125	0,128
9	0,038	0,038	0,184	0,186	0,065	0,047	0,059	0,056	0,134	0,128
10	0,039	0,039	0,171	0,177	0,049	0,054	0,058	0,059	0,130	0,128
11	0,038	0,039	0,174	0,182	0,054	0,052	0,057	0,058	0,130	0,131
12	0,039	0,039	0,186	0,190	0,056	0,048	0,060	0,059	0,136	0,131
Ortalama	0,038		0,183		0,052		0,058		0,130	
σ_{pt}	0,010		0,046		0,013		0,014		0,033	
0,3 x σ_{pt} (kritik değer)	0,003		0,014		0,004		0,004		0,010	
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,001		0,008		0,003		0,001		0,002	
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,000		0,005		0,007		0,001		0,003	
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,000		0,007		0,000		0,000		0,001	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER		GEÇER		GEÇER		GEÇER		GEÇER	

Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (Bromopropylate, Chlordane, trans-)

	Bromopropylate (mg/kg)							Chlordane, trans- (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0.3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0.3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	0,149	0,175						0,041	0,048					
Hazırlama	0,151	0,132	0,151	---	---	---	---	0,038	0,043	0,043	---	---	---	---
Günü	0,146	0,155						0,041	0,047					
YTM	0,152	0,126						0,042	0,039					
Gönderimi	0,127	0,173	0,151	0,001	0,035	0,011	GEÇER	0,037	0,050	0,043	0,000	0,011	0,003	GEÇER
Öncesi	0,174	0,151						0,049	0,042					
YTM Kargo	0,126	0,165						0,040	0,049					
İletim Günü	0,155	0,139	0,155	0,004	0,035	0,011	GEÇER	0,048	0,045	0,046	0,003	0,011	0,003	GEÇER
(maksimum)	0,172	0,173						0,050	0,045					
YT Çevrimi	0,161	0,121						0,047	0,040					
Ortası	0,188	0,108	0,142	0,010	0,035	0,011	GEÇER	0,053	0,033	0,042	0,002	0,011	0,003	GEÇER
	0,146	0,126						0,040	0,036					
Sonuç Son	0,156	0,117						0,047	0,035					
Bildirim	0,143	0,139	0,143	0,008	0,035	0,011	GEÇER	0,041	0,043	0,040	0,003	0,011	0,003	GEÇER
Tarihi Sonrası	0,137	0,166						0,043	0,031					

Tablo 3 (devamı). Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (Clofentezine, DDD, p,p'-)

	Clofentezine (mg/kg)							DDD, p,p'- (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0.3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0.3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	0,049	0,050						0,091	0,082					
Hazırlama Günü	0,053	0,048	0,051	---	---	---	---	0,092	0,078	0,087	---	---	---	---
	0,050	0,055						0,082	0,094					
YTM Gönderimi Öncesi	0,048	0,048						0,089	0,076					
	0,046	0,048	0,047	0,004	0,013	0,004	GEÇER	0,076	0,109	0,090	0,004	0,022	0,007	GEÇER
	0,046	0,048						0,104	0,088					
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	0,049	0,051						0,079	0,097					
	0,054	0,051	0,051	0,000	0,013	0,004	GEÇER	0,095	0,087	0,092	0,006	0,022	0,007	GEÇER
	0,052	0,050						0,097	0,098					
YT Çevrimi Ortası	0,054	0,047						0,101	0,079					
	0,055	0,047	0,050	0,001	0,013	0,004	GEÇER	0,115	0,066	0,087	0,000	0,022	0,007	GEÇER
	0,050	0,047						0,084	0,075					
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	0,051	0,046						0,097	0,068					
	0,050	0,049	0,049	0,002	0,013	0,004	GEÇER	0,090	0,086	0,081	0,006	0,022	0,007	GEÇER
	0,049	0,050						0,084	0,060					

Tablo 3 (devamı). Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (Difenoconazole, Dimethoate)

	Difenoconazole (mg/kg)							Dimethoate (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0.3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0.3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	0,289	0,287						0,037	0,038					
Hazırlama	0,305	0,287	0,294	---	---	---	---	0,038	0,038	0,038	---	---	---	---
Günü	0,304	0,294						0,038	0,039					
YTM	0,301	0,294						0,036	0,037					
Gönderimi	0,292	0,305	0,296	0,002	0,074	0,022	GEÇER	0,037	0,039	0,037	0,001	0,010	0,003	GEÇER
Öncesi	0,289	0,297						0,039	0,036					
YTM Kargo	0,293	0,278						0,038	0,039					
İletim Günü	0,308	0,306	0,302	0,008	0,074	0,022	GEÇER	0,037	0,039	0,038	0,000	0,010	0,003	GEÇER
(maksimum)	0,318	0,311						0,038	0,039					
YT Çevrimi	0,297	0,304						0,040	0,039					
Ortası	0,300	0,294	0,292	0,002	0,074	0,022	GEÇER	0,035	0,038	0,038	0,000	0,010	0,003	GEÇER
	0,284	0,273						0,038	0,039					
Sonuç Son	0,306	0,289						0,037	0,037					
Bildirim	0,296	0,310	0,299	0,005	0,074	0,022	GEÇER	0,036	0,036	0,037	0,001	0,010	0,003	GEÇER
Tarihi Sonrası	0,300	0,295						0,037	0,037					

Tablo 3 (devamı). Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (Fluopyram, HCH-alpha)

	Fluopyram (mg/kg)							HCH-alpha (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0.3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0.3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	0,169	0,169						0,048	0,044					
Hazırlama Günü	0,178	0,168	0,173	---	---	---	---	0,051	0,043	0,047	---	---	---	---
	0,182	0,169						0,053	0,045					
YTM Gönderimi Öncesi	0,161	0,161						0,046	0,048					
	0,161	0,161	0,161	0,011	0,046	0,014	GEÇER	0,045	0,057	0,048	0,001	0,013	0,004	GEÇER
	0,159	0,164						0,046	0,045					
YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	0,155	0,162						0,041	0,050					
	0,164	0,174	0,169	0,003	0,046	0,014	GEÇER	0,050	0,048	0,051	0,003	0,013	0,004	GEÇER
	0,179	0,182						0,061	0,053					
YT Çevrimi Ortası	0,178	0,168						0,051	0,044					
	0,184	0,166	0,169	0,004	0,046	0,014	GEÇER	0,052	0,040	0,045	0,003	0,013	0,004	GEÇER
	0,161	0,156						0,045	0,036					
Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	0,186	0,181						0,058	0,048					
	0,175	0,182	0,176	0,004	0,046	0,014	GEÇER	0,047	0,053	0,049	0,001	0,013	0,004	GEÇER
	0,164	0,168						0,050	0,036					

Tablo 3 (devamı). Kararlılık testi verileri ve değerlendirme (Pirimicarb, Thiacloprid)

	Pirimicarb (mg/kg)							Thiacloprid (mg/kg)						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0.3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	σ_{pt}	kritik değer ($0.3\sigma_{pt}$)	$ \bar{x} - \bar{y} \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	0,058	0,058						0,127	0,133					
Hazırlama	0,056	0,059	0,058	---	---	---	---	0,129	0,132	0,129	---	---	---	---
Günü	0,057	0,058						0,125	0,128					
YTM	0,055	0,058						0,120	0,125					
Gönderimi	0,056	0,057	0,056	0,001	0,014	0,004	GEÇER	0,126	0,125	0,124	0,005	0,033	0,010	GEÇER
Öncesi	0,055	0,057						0,125	0,125					
YTM Kargo	0,058	0,056						0,129	0,123					
İletim Günü	0,057	0,058	0,057	0,001	0,014	0,004	GEÇER	0,126	0,131	0,128	0,001	0,033	0,010	GEÇER
(maksimum)	0,056	0,058						0,132	0,129					
YT Çevrimi	0,058	0,057						0,128	0,128					
Ortası	0,059	0,054	0,056	0,002	0,014	0,004	GEÇER	0,130	0,125	0,125	0,004	0,033	0,010	GEÇER
	0,055	0,054						0,120	0,120					
Sonuç Son	0,058	0,058						0,128	0,129					
Bildirim	0,057	0,059	0,057	0,000	0,014	0,004	GEÇER	0,125	0,127	0,126	0,003	0,033	0,010	GEÇER
Tarihi Sonrası	0,056	0,056						0,124	0,124					

Tablo 4. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Bromopropylate)

Bromopropylate (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,149	0,152	0,126	0,161	0,156	
	0,175	0,126	0,165	0,121	0,117	
	0,151	0,127	0,155	0,188	0,143	
	0,132	0,173	0,139	0,108	0,139	
	0,146	0,174	0,172	0,146	0,137	
	0,155	0,151	0,173	0,126	0,166	
Toplam	0,908	0,903	0,930	0,850	0,858	
Ortalama	0,151	0,151	0,155	0,142	0,143	0,148
Varyans	0,000196	0,000443	0,000362	0,000869	0,000285	0,002155
Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000786	4	0,000196533	0,455944445	0,76717845	2,75871047
Grup içi	0,010776167	25	0,000431047			
Toplam	0,0115623	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 4 (devamı). Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Chlordane, trans-)

Chlordane, trans- (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,041	0,042	0,040	0,047	0,047	
	0,048	0,039	0,049	0,040	0,035	
	0,038	0,037	0,048	0,053	0,041	
	0,043	0,050	0,045	0,033	0,043	
	0,041	0,049	0,050	0,040	0,043	
	0,047	0,042	0,045	0,036	0,031	
Toplam	0,258	0,259	0,277	0,249	0,240	
Ortalama	0,043	0,043	0,046	0,042	0,040	0,043
Varyans	0,000015	0,000028	0,000013	0,000054	0,000035	0,000145
Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000126	4	0,00003155	1,090689099	0,3825961	2,75871047
Grup içi	0,000723167	25	2,89267E-05			
Toplam	0,000849367	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 4 (devamı). Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Clofentezine)

Clofentezine (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,049	0,048	0,049	0,054	0,051	
	0,050	0,048	0,051	0,047	0,046	
	0,053	0,046	0,054	0,055	0,050	
	0,048	0,048	0,051	0,047	0,049	
	0,050	0,046	0,052	0,050	0,049	
	0,055	0,048	0,050	0,047	0,050	
Toplam	0,305	0,284	0,307	0,300	0,295	
Ortalama	0,051	0,047	0,051	0,050	0,049	0,050
Varyans	0,000007	0,000001	0,000003	0,000014	0,000003	0,000028

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000056	4	1,41167E-05	2,560459492	0,06336541	2,75871047
Grup içi	0,000137833	25	5,51333E-06			
Toplam	0,0001943	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 4 (devamı). Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (DDD, p,p'-)

DDD, p,p'- (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,091	0,089	0,079	0,101	0,097	
	0,082	0,076	0,097	0,079	0,068	
	0,092	0,076	0,095	0,115	0,090	
	0,078	0,109	0,087	0,066	0,086	
	0,082	0,104	0,097	0,084	0,084	
	0,094	0,088	0,098	0,075	0,060	
Toplam	0,519	0,542	0,553	0,520	0,485	
Ortalama	0,087	0,090	0,092	0,087	0,081	0,087
Varyans	0,000044	0,000191	0,000058	0,000327	0,000196	0,000816

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000454	4	0,000113617	0,696208995	0,6017082	2,75871047
Grup içi	0,004079833	25	0,000163193			
Toplam	0,0045343	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 4 (devamı). Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Difenoconazole)

Difenoconazole (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,289	0,301	0,293	0,297	0,306	
	0,287	0,294	0,278	0,304	0,289	
	0,305	0,292	0,308	0,300	0,296	
	0,287	0,305	0,306	0,294	0,310	
	0,304	0,289	0,318	0,284	0,300	
	0,294	0,297	0,311	0,273	0,295	
Toplam	1,766	1,778	1,814	1,752	1,796	
Ortalama	0,294	0,296	0,302	0,292	0,299	0,297
Varyans	0,000069	0,000035	0,000209	0,000132	0,000059	0,000504

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000398	4	9,95333E-05	0,986911687	0,43270833	2,75871047
Grup içi	0,002521333	25	0,000100853			
Toplam	0,002919467	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 4 (devamı). Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Dimethoate)

Dimethoate (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,037	0,036	0,038	0,040	0,037	
	0,038	0,037	0,039	0,039	0,037	
	0,038	0,037	0,037	0,035	0,036	
	0,038	0,039	0,039	0,038	0,036	
	0,038	0,039	0,038	0,038	0,037	
	0,039	0,036	0,039	0,039	0,037	
Toplam	0,228	0,224	0,230	0,229	0,220	
Ortalama	0,038	0,037	0,038	0,038	0,037	0,038
Varyans	0,000000	0,000002	0,000001	0,000003	0,000000	0,000006

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000011	4	2,86667E-06	2,324324324	0,08429794	2,75871047
Grup içi	3,08333E-05	25	1,23333E-06			
Toplam	0,0000423	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 4 (devamı). Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Fluopyram)

Fluopyram (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,169	0,161	0,155	0,178	0,186	
	0,169	0,161	0,162	0,168	0,181	
	0,178	0,161	0,164	0,184	0,175	
	0,168	0,161	0,174	0,166	0,182	
	0,182	0,159	0,179	0,161	0,164	
	0,169	0,164	0,182	0,156	0,168	
Toplam	1,035	0,967	1,016	1,013	1,056	
Ortalama	0,173	0,161	0,169	0,169	0,176	0,170
Varyans	0,000035	0,000003	0,000113	0,000110	0,000074	0,000335

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000727	4	0,000181717	2,716243149	0,05259092	2,75871047
Grup içi	0,0016725	25	6,69E-05			
Toplam	0,002399367	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 4 (devamı). Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (HCH-alpha)

HCH-alpha (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,048	0,046	0,041	0,051	0,058	
	0,044	0,048	0,050	0,044	0,048	
	0,051	0,045	0,050	0,052	0,047	
	0,043	0,057	0,048	0,040	0,053	
	0,053	0,046	0,061	0,045	0,050	
	0,045	0,045	0,053	0,036	0,036	
Toplam	0,284	0,287	0,303	0,268	0,292	
Ortalama	0,047	0,048	0,051	0,045	0,049	0,048
Varyans	0,000016	0,000021	0,000043	0,000038	0,000054	0,000173

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000108	4	2,71167E-05	0,784323178	0,54613348	2,75871047
Grup içi	0,000864333	25	3,45733E-05			
Toplam	0,0009728	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 4 (devamı). Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Pirimicarb)

Pirimicarb (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,058	0,055	0,058	0,058	0,058	
	0,058	0,058	0,056	0,057	0,058	
	0,056	0,056	0,057	0,059	0,057	
	0,059	0,057	0,058	0,054	0,059	
	0,057	0,055	0,056	0,055	0,056	
	0,058	0,057	0,058	0,054	0,056	
Toplam	0,346	0,338	0,343	0,337	0,344	
Ortalama	0,058	0,056	0,057	0,056	0,057	0,057
Varyans	0,000001	0,000001	0,000001	0,000005	0,000001	0,000010
Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000010	4	2,55E-06	1,337412587	0,28374756	2,75871047
Grup içi	4,76667E-05	25	1,90667E-06			
Toplam	5,78667E-05	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

Tablo 4 (devamı). Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme (Thiacloprid)

Thiacloprid (mg/kg)						
	YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası	
	0,127	0,120	0,129	0,128	0,128	
	0,133	0,125	0,123	0,128	0,129	
	0,129	0,126	0,126	0,130	0,125	
	0,132	0,125	0,131	0,125	0,127	
	0,125	0,125	0,132	0,120	0,124	
	0,128	0,125	0,129	0,120	0,124	
Toplam	0,774	0,746	0,770	0,751	0,757	
Ortalama	0,129	0,124	0,128	0,125	0,126	0,127
Varyans	0,000009	0,000005	0,000011	0,000018	0,000005	0,000048
Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	0,000097	4	2,43613E-05	2,545771214	0,06449408	2,75871047
Grup içi	0,000239233	25	9,56933E-06			
Toplam	0,000336679	29				
F < F kritik ?	GEÇER					

3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (elma püresi), 17/04/2018 tarihinde katılımcı laboratuvarlara kargo yolu ile eş zamanlı gönderilmiştir. Katılımcı laboratuvar kodları, yeterlilik test materyali ile birlikte gönderilen ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ aracılığı ile katılımcılara iletilmiştir. Katılımcılardan 205 pestisit içeren hedef liste içerisinde test materyalinde yer alan pestisitleri bulmaları ve miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir. Katılımcılardan, analiz sonuçları ve metod bilgilerini [http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans adresindeki PES011](http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans_adresindeki_PES011) kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’i elektronik ortamda doldurmak kaydıyla iletmeleri ve formun ıslak imzalı orjinal halini posta yoluyla 18/05/2018 tarihine kadar bildirmeleri istenmiştir. EBYS sistemi kullanan katılımcılara e-belge ile yazdıkları yazının eki olarak gönderebilecekleri bildirilmiştir. Postada gerçekleşmesi muhtemel gecikmeler göz önünde bulundurularak, ıslak imzalı formun taranmış halini e-posta ile göndermeleri ifade edilerek, muhtemel silik yazılardan kaynaklanan okuma hatalarını önlemek için faks ile göndermemeleri istenmiştir.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan aşağıdaki hususlara uygun olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir:

- Test materyali “Hedef Liste” içerisinde bir ya da birden fazla pestisiti içerebilir. Pestisitlere ait sonuçlar ana bileşikler üzerinden verilmelidir.
- Test numunesinde tespit ettiğiniz pestisit miktarını “mg/kg (ppm)” cinsinden, virgülden sonra üç haneli olacak şekilde ve geri kazanım düzeltmesi yapmadan ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’e kaydediniz.
- ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’ hedef liste içerisinde yer alan tüm pestisitleri içerecek şekilde hazırlanmıştır. Tüm pestisitler için, öncelikle “Analiz Durumu” ile ilgili olarak pestisit analiz edilip edilmediğine dair uygun seçeneği işaretleyiniz. Analiz edilen tüm pestisitler için (pestisit tespit edilememiş olsa dahi) tablonun ilgili diğer sütunlarını da mutlaka doldurunuz. Analiz edilen ancak test materyalinde tespit edilemeyen pestisitler için ‘Sonuç’ bölümüne ‘Tespit edilemedi’ ifadesini yazınız.
- Hedef listede yer almayan bir pestisiti tespit etmeniz halinde, lütfen bunu ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’ “Ekleme İstedikleriniz” kısmında belirtiniz

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 52 laboratuvarın tamamı (% 100) analiz sonucu bildirmiştir.

Katılımcı test materyalinde var olan bir pestisiti analiz etmiş ancak tespit edememiş ise ve ölçüm limiti (LOQ) -3,0 z skoruna karşılık gelen değerden düşük ise; o laboratuvara ait sonuç laboratuvar tarafından bildirilen ölçüm limiti (LOQ) olarak değerlendirilmekte ve buna göre z skoru hesaplanmaktadır.

Katılımcı laboratuvar test materyalinde var olan bir pestisiti analiz etmiş ancak tespit edememiş ise ve ölçüm limiti (LOQ) -3,0 z skoruna karşılık gelen değerden yüksek ise; o laboratuvara ait sonuç < LOQ olarak değerlendirilmektedir.

Ancak, yukarıda açıklanan durumlar için, katılımcı laboratuvar sonuç bildirirken ölçüm limiti (LOQ) değerini bildirmemiş ise, bu durumda sonucun < LOQ olup olmadığına dair değerlendirme yapılamayacağından, o laboratuvara ait sonuç sıfır olarak değerlendirilmekte ve buna göre z skoru hesaplanmaktadır.

5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

5.1. ATANMIŞ DEĞER

Test materyalinde yer alan her bir pestisit için atanmış değer (X_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır. Tüm pestisitler için katılımcı sonuçları kullanılarak Huber H15'e göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.⁴

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) hesaplanmasında, AB yeterlilik testlerinden elde edilen ve GKGM talimatı³ ile tüm laboratuvarlar tarafından raporlamada kullanılan ortalama relatif standart sapma değeri olan 0,25 kullanılmıştır. Her bir pestisit için σ_{pt} aşağıda belirtilen formülle hesaplanmıştır:

$$\sigma_{pt} = 0,25X_{pt}$$

X_{pt} : Atanmış değer

5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528 Standardı² ile uyumlu olarak z-skoru cinsinden ifade edilmiştir.

$$z = \frac{X_i - X_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

X_i : Katılımcı sonucu

X_{pt} : Atanmış değer

σ_{pt} : Yeterlilik standart sapması

z-skoru, yeterlilik testi için kabul edilmiş hedef standart sapma ile katılımcı sonuçlarının atanmış değerden sapmalarını kıyaslamaktadır ve aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır:

$ z \leq 2$	Uygun
$2 < z < 3$	Sorgulanabilir
$ z \geq 3$	Uygun Değil

İlgili analite ilişkin atanmış değer belirsizliği değeri aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır.

$$u(X_{pt}) = 1,25 \frac{s^*}{\sqrt{p}}$$

s*: Sağlam (robust) standart sapma

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 5’te, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları Tablo 6’da, $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 7’de verilmektedir. Katılımcıların ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’ aracılığı ile bildirdikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte Tablo 8 (Bromopropylate, Chlordane, trans-), Tablo 9 (Clofentezine, DDD, p,p’), Tablo 10 (Difenoconazole, Dimethoate), Tablo 11 (Fluopyram, HCH-alpha) ve Tablo 12 (Pirimicarb, Thiacloprid)’de özetlenmektedir ve Şekil 1 (Bromopropylate), Şekil 2 (Chlordane, trans-), Şekil 3 (Clofentezine), Şekil 4 (DDD, p,p’), Şekil 5 (Difenoconazole), Şekil 6 (Dimethoate), Şekil 7 (Fluopyram), Şekil 8 (HCH-alpha), Şekil 9 (Pirimicarb) ve Şekil 10 (Thiacloprid)’de histogram ile gösterilmektedir.

Test materyalinde Bromopropylate, Chlordane, trans-, Clofentezine, DDD, p,p’-, Difenoconazole, Dimethoate, Fluopyram, HCH-alpha, Pirimicarb, Thiacloprid dışında hedef listede yer alan pestisitlerden biri ya da birkaçını $>0,010$ mg/kg seviyesinde tespit eden (yanlış pozitif sonuç veren) laboratuvarlar Tablo 13’de verilmektedir.

Katılımcı laboratuvarlar tarafından bildirilen yorumlar Tablo 14’te verilmektedir.

Tablo 5. Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi (Bromopropylate, Chlordane, trans-, Clofentezine, DDD, p,p', Difenconazole)

	Bromopropylate	Chlordane, trans-	Clofentezine	DDD, p,p'	Difenoconazole
Sonuç sayısı	48	37	49	45	48
Sonuç aralığı (mg/kg)	0,018-0,161	0,025-0,074	0,014-0,097	0,012-0,112	0,216-0,852
Sonuçların ortancası (mg/kg)	0,106	0,040	0,041	0,068	0,325
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	0,109	0,042	0,043	0,063	0,328
Atanmış değer(mg/kg)	0,110	0,041	0,042	0,064	0,317
Sağlam standart sapma (mg/kg)	0,018	0,006	0,012	0,015	0,040
$ z \leq 2$ sonuç sayısı	46	34	43	39	47
$2 < z < 3$ sonuç sayısı	0	0	3	1	0
$ z \geq 3$ sonuç sayısı	2	3	3	5	1

Tablo 5 (devamı). Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi (Dimethoate, Fluopyram, HCH-alpha, Pirimicarb, Thiachloprid)

	Dimethoate	Fluopyram	HCH-alpha	Pirimicarb	Thiachloprid
Sonuç sayısı	51	32	44	50	49
Sonuç aralığı (mg/kg)	0,023-0,058	0,065-0,256	0,013-0,049	0,036-0,072	0,057-0,123
Sonuçların ortancası (mg/kg)	0,035	0,129	0,035	0,050	0,095
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	0,036	0,141	0,036	0,051	0,095
Atanmış değer(mg/kg)	0,036	0,137	0,036	0,050	0,095
Sağlam standart sapma (mg/kg)	0,006	0,025	0,006	0,006	0,012
$ z \leq 2$ sonuç sayısı	50	28	43	50	48
$2 < z < 3$ sonuç sayısı	1	3	1	0	0
$ z \geq 3$ sonuç sayısı	0	1	0	0	1

Tablo 6. Atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları

Analit	Veri sayısı (n)	Atanmış değer (X_{pt}) (mg/kg)	Belirsizlik ($u(X_{pt})$)	Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) (mg/kg)
Bromopropylate	47	0,110	0,003	0,027
Chlordane, trans-	35	0,041	0,001	0,010
Clofentezine	48	0,042	0,002	0,011
DDD, p,p'-	42	0,064	0,003	0,016
Difenoconazole	48	0,317	0,007	0,079
Dimethoate	51	0,036	0,001	0,009
Fluopyram	32	0,137	0,006	0,034
HCH-alpha	44	0,036	0,001	0,009
Pirimicarb	50	0,050	0,001	0,013
Thiacloprid	48	0,095	0,002	0,024

Tablo 7. $|z| \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi

Analit	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z \leq 2$ skor yüzdesi (%)
Bromopropylate	46	48	96
Chlordane, trans-	34	37	92
Clofentezine	43	49	88
DDD, p,p'-	39	45	87
Difenoconazole	47	48	98
Dimethoate	50	51	98
Fluopyram	28	32	88
HCH-alpha	43	44	98
Pirimicarb	50	50	100
Thiacloprid	48	49	98

Tablo 8. Katılımcı sonuçları ve z-skorları (Bromopropylate, Chlordane, trans-) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Bromopropylate				Chlordane, trans-			
	Atanmış Değer	0,110 mg/kg			Atanmış Değer	0,041 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
1	108,000	99	0,01	3937,1	0,041	100	0,01	0,0
2	0,106	103	0,01	-0,1	0,054	86	0,01	1,2
3	0,120	100	0,01	0,4	0,051	103,3	0,01	1,0
4	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
5	0,094	97	0,01	-0,6	0,040	99	0,01	-0,1
6	0,104	106	0,01	-0,2	0,031	91	0,01	-1,0
7	0,018	112	0,01	-3,3	Analiz edilmedi			
8	0,117	103	0,01	0,3	0,048	111	0,01	0,7
9	0,152	110	0,01	1,5	0,044	90	0,01	0,3
10	0,097	96,49	0,01	-0,5	0,044	100,45	0,01	0,3
11	0,086	94,27	0,01	-0,9	0,029	95,82	0,01	-1,2
12	0,133	90	0,01	0,9	0,074	95	0,01	3,2
13	0,110		10	0,0	0,040		10	-0,1
14	0,121	96	0,01	0,4	Analiz edilmedi			
15	0,112	108	0,01	0,1	0,037	105	0,01	-0,4
16	0,136	98,7	0,01	1,0	Analiz edilmedi			
17	0,153	92	0,01	1,6	Analiz edilmedi		0,01	
18	0,091	96,14	0,01	-0,7	Analiz edilmedi			
19	0,105	94	0,01	-0,2	Analiz edilmedi			
20	0,092	90	0,01	-0,6	0,040	90	0,01	-0,1
21	Analiz edilmedi				0,041	97	0,01	0,0
22	0,100	88,49	0,001	-0,4	0,035	70,01	0,001	-0,6
23	0,126	98	0,01	0,6	Analiz edilmedi			
24	0,111	91	0,01	0,1	0,040	97	0,01	-0,1
25	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
26	0,161	99	0,01	1,9	Analiz edilmedi			
27	0,136	104,89	0,01	1,0	Analiz edilmedi			
28	0,099	109	0,01	-0,4	0,037	102	0,015	-0,4
29	0,101	82	0,01	-0,3	Tespit edilemedi			-4,0
30	0,102	84	0,01	-0,3	0,041	87	0,01	0,0
31	0,100	94	0,01	-0,4	0,040	90	0,01	-0,1
32	0,085	95	0,005	-0,9	0,031	84	0,005	-1,0

Tablo 8 (devamı). Katılımcı sonuçları ve z-skorları (Bromopropylate, Chlordane, trans-) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Bromopropylate				Chlordane, trans-			
	Atanmış Değer	0,110 mg/kg			Atanmış Değer	0041 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
33	0,102	89	0,008	-0,3	Analiz edilmedi			
34	0,098		0,01	-0,4	0,025		0,01	-1,6
35	0,129	102	0,01	0,7	0,051	102	0,01	1,0
36	0,105	86,9	0,01	-0,2	Analiz edilmedi			
37	Analiz edilmedi				0,037	81,63	0,01	-0,4
38	0,133		0,01	0,9	0,037		0,01	-0,4
39	0,098		0,01	-0,4	Analiz edilmedi			
40	0,097	0,827	0,01	-0,5	0,043	0,827	0,01	0,2
41	0,102	94	0,01	-0,3	0,038	92	0,01	-0,3
42	0,131		0,01	0,8	0,055		0,01	1,3
43	0,088	89	0,01	-0,8	0,039	98	0,01	-0,2
44	0,111	102	0,01	0,1	0,041	96	0,01	0,0
45	0,120	94	0,01	0,4	Analiz edilmedi			
46	0,100	93	0,01	-0,4	0,038	96	0,01	-0,3
47	0,111		0,01	0,1	0,040		0,01	-0,1
48	0,113	93	0,01	0,1	0,043	91	0,01	0,2
49	0,055	107,55	0,01	-2,0	Tespit edilemedi	110,67	0,01	-3,0
50	0,116		0,01	0,2	0,046		0,01	0,5
51	0,118	81,6	0,01	0,3	0,048	90,3	0,01	0,7
52	0,121	88	0,01	0,4	0,043	88	0,01	0,2

Tablo 9. Katılımcı sonuçları ve z-skorları (Clofentezine, DDD, p,p'-) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Clofentezine				DDD, p,p'-			
	Atanmış Değer	0,042 mg/kg			Atanmış Değer	0,064 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
1	0,030	93	0,01	-1,2	0,055	97	0,01	-0,6
2	0,036	98	0,01	-0,6	0,112	101	0,01	3,0
3	0,049	103,7	0,01	0,6	0,087	100	0,01	1,4
4	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
5	0,046	99	0,01	0,4	0,068	97	0,01	0,3
6	Analiz edilmedi				0,071	96	0,01	0,4
7	0,025	118	0,01	-1,6	0,012	95	0,01	-3,2
8	0,040	111	0,01	-0,2	0,069	114	0,01	0,3
9	0,060	83	0,01	1,7	0,071	95	0,01	0,4
10	0,029	102,33	0,01	-1,3	Tespit edilemedi	70-120	0,01	-3,4
11	0,030	95,71	0,01	-1,2	0,037	99,05	0,01	-1,7
12	0,039	93	0,01	-0,3	0,075	102	0,01	0,7
13	0,034		10	-0,8	0,068		10	0,3
14	0,044	97	0,02	0,2	0,079	106	0,01	0,9
15	0,044	93	0,01	0,2	0,060	96	0,01	-0,2
16	0,039	99,5	0,02	-0,3	0,089	99,3	0,01	1,6
17	0,053	90	0,01	1,0	0,045	93	0,01	-1,2
18	0,016	99,63	0,01	-2,5	Analiz edilmedi			
19	0,040	95	0,01	-0,2	0,070	98	0,01	0,4
20	0,036	94	0,01	-0,6	0,071	93	0,01	0,4
21	0,035	92	0,01	-0,7	0,077	96	0,01	0,8
22	0,052	109,44	0,001	0,9	0,045	106,14	0,001	-1,2
23	0,039	96	0,005	-0,3	0,060	104	0,01	-0,2
24	0,046	93	0,01	0,4	0,057	96	0,01	-0,4
25	0,075	81	0,01	3,1	Analiz edilmedi			
26	0,060	102	0,01	1,7	0,081	77	0,01	1,1
27	0,097	84,2	0,01	5,2	Tespit edilemedi	104,32	0,01	-3,4
28	0,039	94	0,01	-0,3	0,067	104	0,02	0,2
29	0,032	86	0,01	-1,0	0,036	80	0,01	-1,7
30	0,042	90	0,01	0,0	0,069	89	0,01	0,3
31	0,052	85	0,01	0,9	0,068	104	0,01	0,3
32	Tespit edilemedi	93	0,005	-3,5	Tespit edilemedi	90	0,005	-3,7

Tablo 9 (devamı). Katılımcı sonuçları ve z-skorları (Clofentezine, DDD, p,p'-) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Clofentezine				DDD, p,p'-			
	Atanmış Değer	0,042 mg/kg			Atanmış Değer	0,064 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
33	0,036	71	0,009	-0,6	Analiz edilmedi			
34	0,061		0,01	1,8	0,034		0,01	-1,9
35	0,073	120	0,01	2,9	0,074	101	0,01	0,6
36	0,041	84,5	0,01	-0,1	Analiz edilmedi			
37	Analiz edilmedi				0,053	94,9	0,01	-0,7
38	0,035		0,01	-0,7	0,056		0,01	-0,5
39	0,027		0,01	-1,4	Analiz edilmedi			
40	0,055	0,762	0,01	1,2	0,061	0,835	0,01	-0,2
41	0,043	96	0,01	0,1	0,065	94	0,01	0,1
42	0,038		0,01	-0,4	0,056		0,01	-0,5
43	0,041	84	0,01	-0,1	0,069	96	0,01	0,3
44	0,055	94	0,01	1,2	0,063	93	0,01	-0,1
45	0,045	91	0,01	0,3	Analiz edilmedi			
46	0,041	112	0,01	-0,1	0,066	98	0,01	0,1
47	0,030		0,01	-1,2	0,057		0,01	-0,4
48	0,047	92	0,01	0,5	0,069	89	0,01	0,3
49	0,014	106,51	0,01	-2,7	0,023	101,02	0,01	-2,6
50	0,036		0,01	-0,6	0,045		0,01	-1,2
51	0,046	85,6	0,01	0,4	0,075	84,6	0,01	0,7
52	0,052	103	0,01	0,9	0,082	92	0,01	1,1

Tablo 10. Katılımcı sonuçları ve z-skorları (Difenoconazole, Dimethoate) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Difenoconazole				Dimethoate			
	Atanmış Değer	0,317 mg/kg			Atanmış Değer	0,036 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
1	0,295	101	0,01	-0,3	0,037	93	0,01	0,1
2	0,292	99	0,01	-0,3	0,047	96	0,01	1,2
3	Analiz edilmedi				0,036	100	0,01	0,0
4	0,255		< 0,01	-0,8	0,027		< 0,01	-1,0
5	0,338	97	0,01	0,3	0,032	98	0,01	-0,4
6	Analiz edilmedi				0,035	85	0,01	-0,1
7	0,236	91	0,01	-1,0	0,050	88	0,01	1,6
8	0,309	96	0,01	-0,1	0,034	103	0,01	-0,2
9	0,357	97	0,01	0,5	0,032	116	0,01	-0,4
10	0,285	100,78	0,01	-0,4	0,035	104,83	0,01	-0,1
11	0,284	93,34	0,01	-0,4	0,037	94,76	0,01	0,1
12	0,852	88	0,01	6,7	0,036	100	0,01	0,0
13	0,290		10	-0,3	0,035		10	-0,1
14	0,314	105	0,01	0,0	0,037	100	0,01	0,1
15	0,324	111	0,01	0,1	0,038	107	0,01	0,2
16	0,313	99,7	0,025	-0,1	0,038	99,2	0,01	0,2
17	0,368	97	0,01	0,6	0,023	99	0,01	-1,4
18	0,290	105,34	0,01	-0,3	0,045	100,11	0,01	1,0
19	0,320	96	0,01	0,0	0,035	95	0,01	-0,1
20	0,330	86	0,01	0,2	0,032	89	0,005	-0,4
21	0,236	93	0,01	-1,0	0,058	95	0,01	2,5
22	0,265	102,9	0,001	-0,7	0,041	92,98	0,001	0,6
23	0,274	100	0,005	-0,5	0,030	110	0,005	-0,6
24	0,337	96	0,01	0,2	0,034	90	0,01	-0,2
25	0,300	80	0,01	-0,2	0,037	91	0,01	0,1
26	0,441	96	0,01	1,6	0,054	109	0,01	2,0
27	0,361	98,71	0,01	0,6	0,038	91,33	0,01	0,2
28	0,331	108	0,01	0,2	0,029	93	0,01	-0,8
29	0,341	85	0,01	0,3	0,037	88	0,01	0,1
30	0,330	81	0,01	0,2	0,035	88	0,01	-0,1
31	0,330	110	0,01	0,2	0,030	90	0,01	-0,6
32	0,279	94	0,005	-0,5	0,028	94	0,005	-0,9

Tablo 10 (devamı). Katılımcı sonuçları ve z-skorları (Difenoconazole, Dimethoate) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Difenoconazole				Dimethoate			
	Atanmış Değer		0,317 mg/kg		Atanmış Değer		0,036 mg/kg	
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
33	Analiz edilmedi				0,034	94	0,007	-0,2
34	0,431		0,01	1,4	0,029		0,01	-0,8
35	0,380	92	0,01	0,8	0,044	113	0,01	0,9
36	0,341	89,1	0,01	0,3	0,035	88	0,01	-0,1
37	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
38	0,305		0,01	-0,2	0,045		0,01	1,0
39	0,340		0,01	0,3	0,027		0,01	-1,0
40	0,334	0,711	0,01	0,2	0,038	0,893	0,01	0,2
41	0,325	94	0,01	0,1	0,035	96	0,01	-0,1
42	0,348		0,01	0,4	0,030		0,01	-0,6
43	0,325	85	0,01	0,1	0,029	103	0,01	-0,8
44	0,260	98	0,01	-0,7	0,045	98	0,01	1,0
45	0,330	92	0,01	0,2	0,032	91	0,01	-0,4
46	0,328	108	0,01	0,1	0,032	116	0,01	-0,4
47	0,300		0,01	-0,2	0,035		0,01	-0,1
48	0,328	97	0,01	0,1	0,034	92	0,01	-0,2
49	0,216	113,78	0,01	-1,3	0,037	107,12	0,01	0,1
50	0,367		0,01	0,6	0,037		0,01	0,1
51	0,320	79,9	0,01	0,0	0,043	102,6	0,01	0,8
52	0,284	100	0,01	-0,4	0,041	102	0,01	0,6

Tablo 11. Katılımcı sonuçları ve z-skorları (Fluopyram, HCH-alpha) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Fluopyram				HCH-alpha			
	Atanmış Değer	0,137 mg/kg			Atanmış Değer	0,036 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
1	0,135	98	0,01	0,0	0,030	103	0,01	-0,7
2	0,173	101	0,01	1,1	0,031	104	0,01	-0,6
3	0,180	98,1	0,01	1,3	0,042	97,7	0,01	0,7
4	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
5	0,128	99	0,01	-0,3	0,035	98	0,01	-0,1
6	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
7	Analiz edilmedi				Tespit edilemedi	109	0,01	<LOQ
8	Analiz edilmedi				0,037	99	0,01	0,1
9	0,115	85	0,01	-0,6	0,037	92	0,01	0,1
10	0,152	94,35	0,01	0,4	0,021	90,49	0,01	-1,7
11	0,128	99,56	0,01	-0,3	0,030	98,25	0,01	-0,7
12	0,256	90	0,01	3,5	0,043	93	0,01	0,8
13	0,135		10	0,0	0,038		10	0,2
14	Analiz edilmedi				0,038	99	0,01	0,2
15	0,127	93	0,01	-0,3	0,030	94	0,01	-0,7
16	0,185	99	0,01	1,4	0,046	98,5	0,01	1,1
17	Analiz edilmedi		0,01		0,044	88	0,01	0,9
18	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
19	0,125	95	0,01	-0,3	0,035	95	0,005	-0,1
20	Analiz edilmedi				0,040	84	0,01	0,5
21	Analiz edilmedi				0,032	88	0,01	-0,4
22	Analiz edilmedi				0,037	88,93	0,001	0,1
23	0,159	104	0,005	0,7	0,038	105	0,01	0,2
24	0,113	88	0,01	-0,7	0,035	94	0,01	-0,1
25	0,130	83	0,01	-0,2	Analiz edilmedi			
26	Analiz edilmedi				0,046	90	0,01	1,1
27	Analiz edilmedi				0,042	107,2	0,01	0,7
28	0,127	99	0,01	-0,3	0,034	102	0,02	-0,2
29	Analiz edilmedi				0,026	86	0,01	-1,1
30	Analiz edilmedi				0,035	91	0,01	-0,1
31	0,135	87	0,01	0,0	0,040	91	0,01	0,5
32	0,158	92	0,005	0,6	0,033	98	0,005	-0,3

Tablo 11 (devamı). Katılımcı sonuçları ve z-skorları (Fluopyram, HCH-alpha) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Fluopyram				HCH-alpha			
	Atanmış Değer	0,137 mg/kg			Atanmış Değer	0,036 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
33	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
34	0,216		0,01	2,3	0,027		0,01	-1,0
35	0,207	115	0,01	2,1	0,044	101	0,01	0,9
36	Analiz edilmedi				0,035	99	0,01	-0,1
37	Analiz edilmedi				0,038	90,57	0,01	0,2
38	0,127		0,01	-0,3	0,034		0,01	-0,2
39	0,112			-0,7	Analiz edilmedi			
40	Analiz edilmedi				0,032	0,779	0,01	-0,4
41	0,121	95	0,01	-0,5	0,035	93	0,01	-0,1
42	0,104		0,01	-1,0	0,046		0,01	1,1
43	0,134	88	0,01	-0,1	0,038	98	0,01	0,2
44	Analiz edilmedi				0,027	101	0,01	-1,0
45	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
46	0,124	116	0,01	-0,4	0,035	86	0,01	-0,1
47	0,125		0,01	-0,3	0,031		0,01	-0,6
48	0,119	89	0,01	-0,5	0,040	88	0,01	0,5
49	0,065	112,25	0,01	-2,1	0,013	110,19	0,01	-2,6
50	0,143		0,01	0,2	0,034		0,01	-0,2
51	0,125	104,4	0,01	-0,3	0,035	89,7	0,01	-0,1
52	0,132	91	0,01	-0,1	0,049	85	0,01	1,5

Tablo 12. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Pirimicarb, Thiachloprid) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Pirimicarb				Thiachloprid			
	Atanmış Değer		0,050 mg/kg		Atanmış Değer		0,095 mg/kg	
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skoru
1	0,056	100	0,01	0,4	0,100	96	0,01	0,2
2	0,050	96	0,01	0,0	Tespit edilemedi		0,01	-3,6
3	0,053	95,5	0,01	0,2	0,123	110,2	0,01	1,2
4	0,049		< 0,01	-0,1	0,078		< 0,01	-0,7
5	0,044	101	0,01	-0,5	0,091	99	0,01	-0,2
6	Analiz edilmedi				0,103	86	0,01	0,3
7	0,052	95	0,01	0,1	0,057	98	0,01	-1,6
8	0,050	104	0,01	0,0	0,099	103	0,01	0,2
9	0,036	86	0,01	-1,1	0,062	86	0,01	-1,4
10	0,043	101,78	0,01	-0,6	0,095	102,53	0,01	0,0
11	0,048	94,44	0,01	-0,2	0,098	96,84	0,01	0,1
12	0,055	96	0,01	0,4	0,113	90	0,01	0,8
13	0,042		10	-0,7	0,080		10	-0,6
14	0,053	99	0,01	0,2	0,104	106	0,01	0,4
15	0,047	104	0,01	-0,3	0,084	100	0,01	-0,5
16	0,054	98,5	0,01	0,3	0,097	98,9	0,01	0,1
17	0,059	100	0,01	0,7	0,106	97	0,01	0,5
18	0,066	98,78	0,01	1,2	0,106	102,71	0,01	0,5
19	0,052	90	0,01	0,1	0,097	96	0,01	0,1
20	0,047	85	0,005	-0,3	0,094	96	0,01	0,0
21	0,072	97	0,01	1,7	Analiz edilmedi			
22	0,055	94,69	0,001	0,4	0,120	87,26	0,001	1,1
23	0,061	106	0,005	0,8	0,091	102	0,005	-0,2
24	0,044	99	0,01	-0,5	0,087	96	0,01	-0,3
25	0,050	95	0,005	0,0	0,098	92	0,01	0,1
26	0,068	112	0,01	1,4	0,087	101	0,01	-0,3
27	0,067	87,72	0,01	1,3	0,095	95,63	0,01	0,0
28	0,043	96	0,01	-0,6	0,086	92	0,01	-0,4
29	0,047	82	0,01	-0,3	0,101	83	0,01	0,3
30	0,052	85	0,01	0,1	0,098	85	0,01	0,1
31	0,050	95	0,01	0,0	0,095	102	0,01	0,0
32	0,050	94	0,005	0,0	0,083	90	0,005	-0,5

Tablo 12 (devamı). Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (Fluopyram, HCH-alpha) ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Pirimicarb				Thiacloprid			
	Atanmış Değer	0,050 mg/kg			Atanmış Değer	0,095 mg/kg		
	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skorum	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)	z-skorum
33	0,048	91	0,006	-0,2	0,095	91	0,006	0,0
34	0,049		0,01	-0,1	0,117		0,01	0,9
35	0,059	119	0,01	0,7	0,109	119	0,01	0,6
36	0,049	84,5	0,01	-0,1	0,091	94,8	0,01	-0,2
37	Analiz edilmedi				Analiz edilmedi			
38	0,050		0,01	0,0	0,094		0,01	0,0
39	0,044		0,01	-0,5	0,089			-0,2
40	0,049	0,712	0,01	-0,1	0,114	0,772	0,01	0,8
41	0,048	94	0,01	-0,2	0,082	96	0,01	-0,5
42	0,039		0,01	-0,9	0,078		0,01	-0,7
43	0,043	102	0,01	-0,6	0,090	101	0,01	-0,2
44	0,065	96	0,01	1,1	0,101	101	0,01	0,3
45	0,045			-0,4	Analiz edilmedi			
46	0,045	115	0,01	-0,4	0,084	117	0,01	-0,5
47	0,050		0,01	0,0	0,095		0,01	0,0
48	0,045	92	0,01	-0,4	0,088	91	0,01	-0,3
49	0,052	109,62	0,01	0,1	0,072	101,36	0,01	-1,0
50	0,052		0,01	0,1	0,098		0,01	0,1
51	0,058	100,7	0,01	0,6	0,102	92,9	0,01	0,3
52	0,052	103	0,01	0,1	0,111	99	0,01	0,7

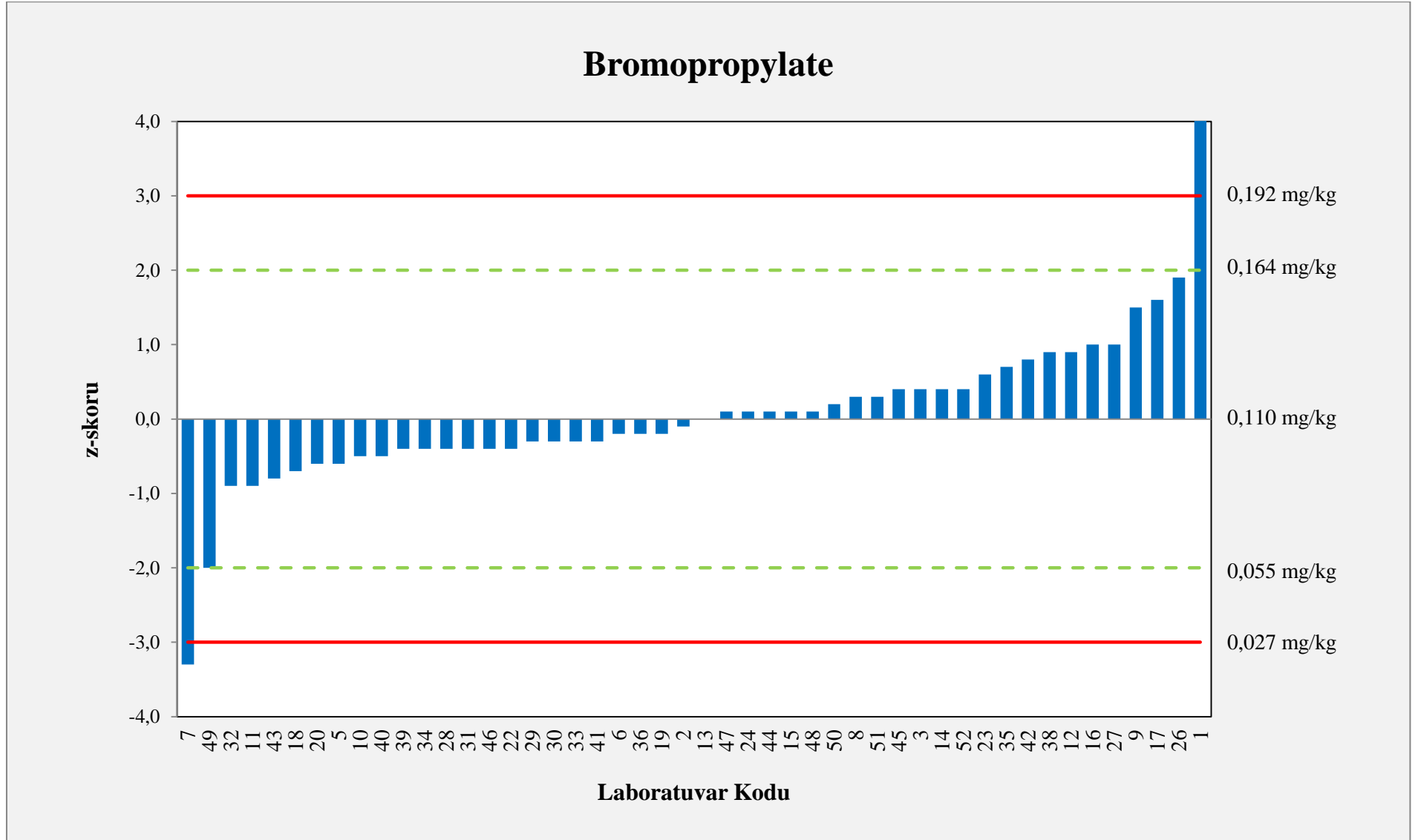
Tablo 13. Katılımcılar tarafından bildirilen diğer pestisitler (> 0,010 mg/kg)

Lab Kodu	Pestisit	Sonuç (mg/kg)	Geri Kazanım (%)	LOQ (mg/kg)
2	Thiodicarb	0,089	96	0,010
10	Chlordane, cis-	0,054	99,15	0,01
10	DDT, o,p'-	0,042	90,70	0,01
27	DDT, o,p'-	0,062	101,62	0,010
32	DDT, p,p'-	0,056	98	0,005
44	DDT, o,p'-	0,084	101	0,010

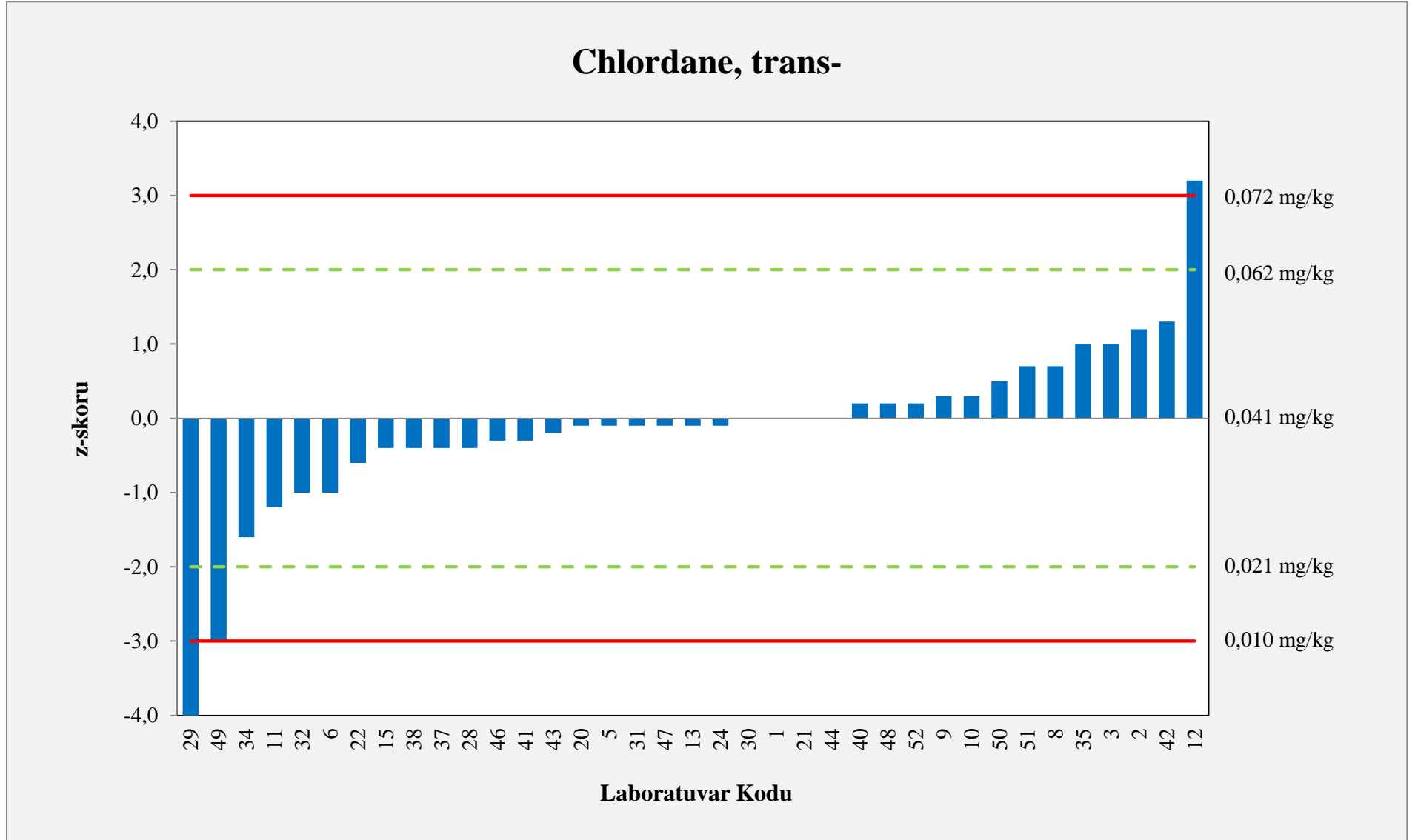
Tablo 14. Katılımcı yorumları

Lab Kodu	Yorum*
6	Gönderilen test materyali ve blank materyalin ambalajı konusunda mutlaka bir ön çalışma yapıldığını düşünüyoruz ancak tartım sırasında ambalajın içine standart boyutlarda bir spatulün girebileceği bir ambalaj tercih edilebilirmi?
10	Veri girişlerini daha pratik hale getirirseniz iyi olur.
39	Ölçüm belirsizliğinde “-“ belirtilen pestisitlerin validasyon çalışmaları bitmediği için yazılmamıştır.
41	Daha önceki test raporlarında belirttiğim gibi, Sonuç girme işlemi çok vakit alıyor, sonuçlar dijital ortamda girilirse daha iyi ve düzgün olur
46	Sonuç girme işlemi çok vakit alıyor, sonuçlar dijital ortamda girilirse daha iyi ve düzgün olur.

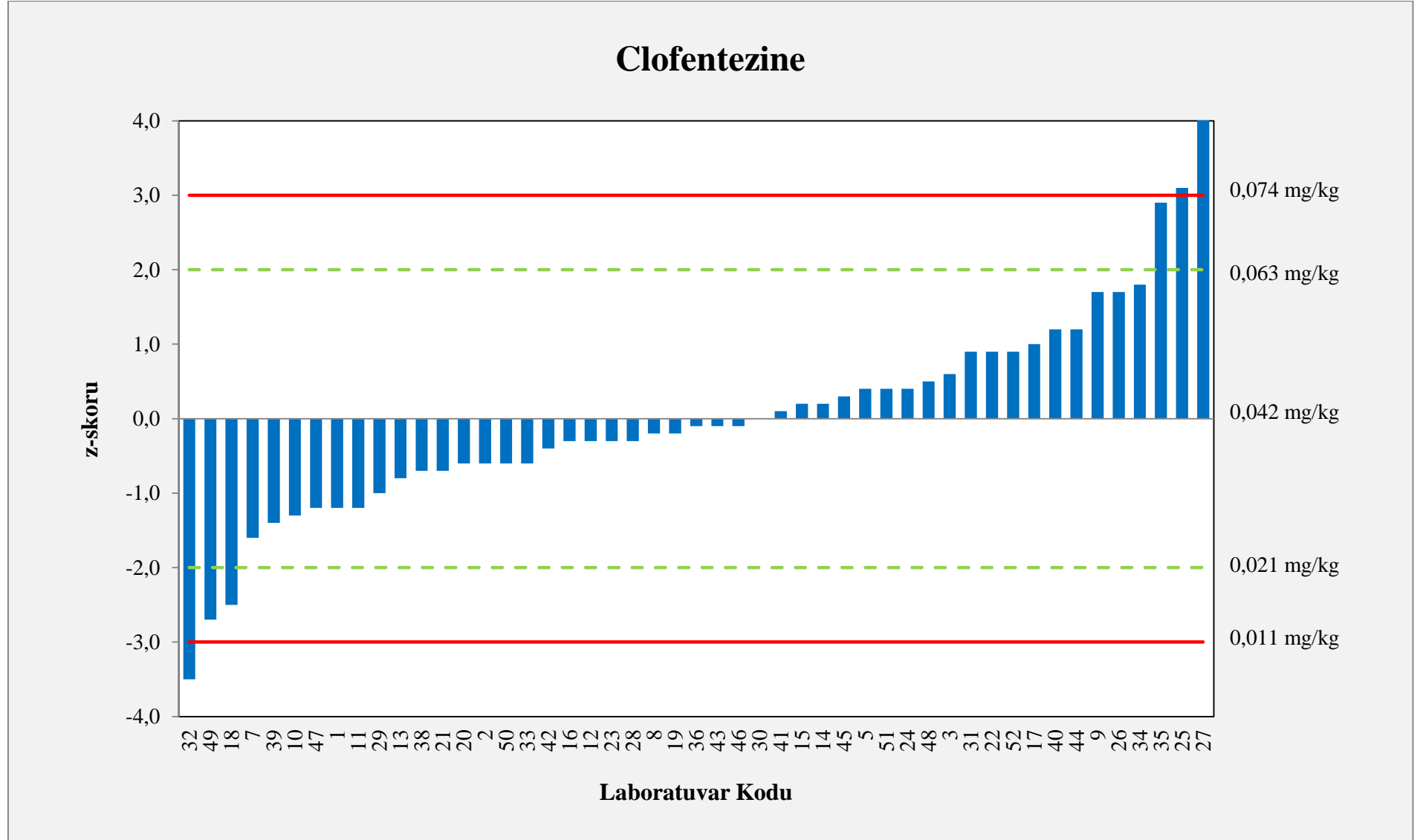
*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.



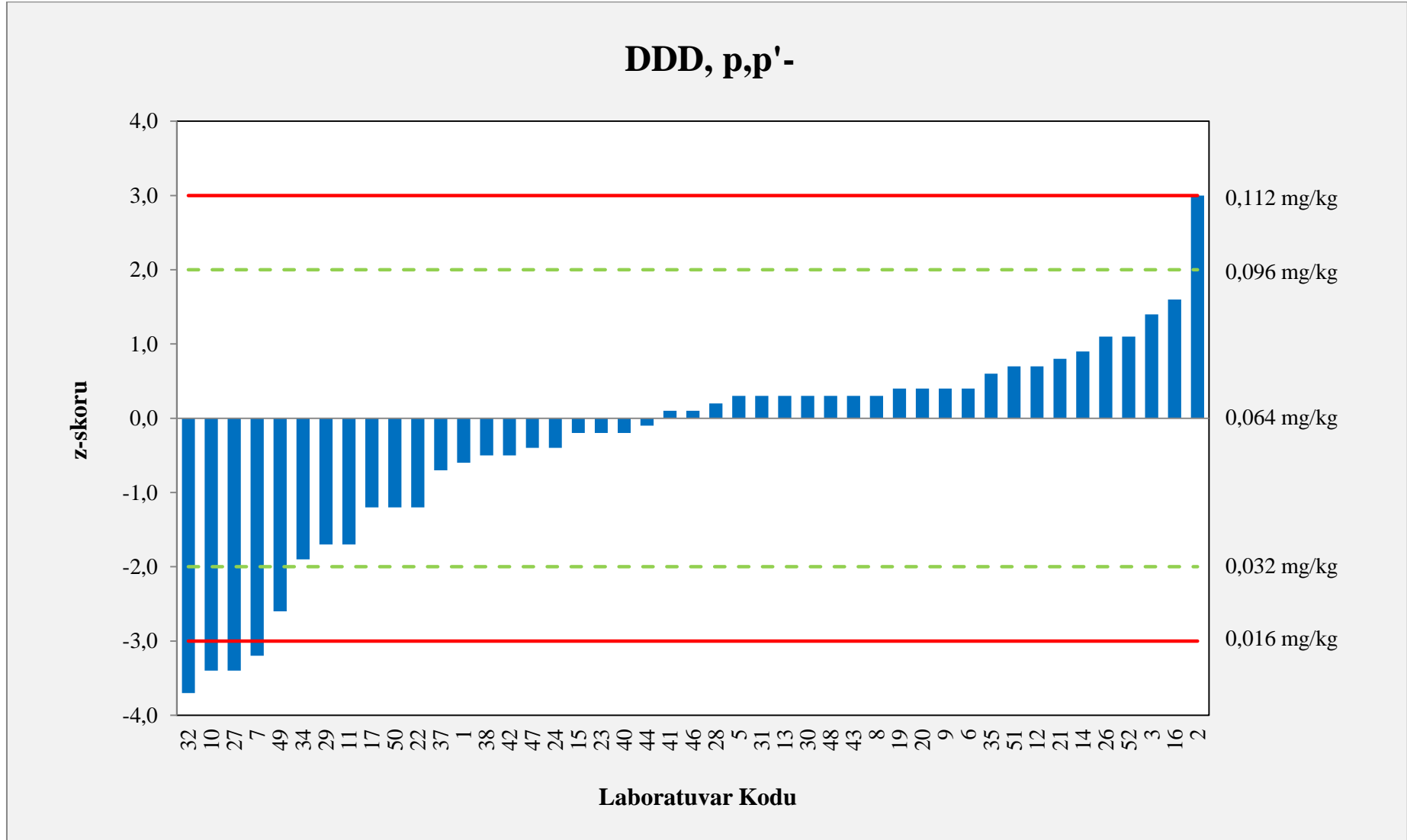
Şekil 1. Bromopropylate için z-Skorları Histogramı



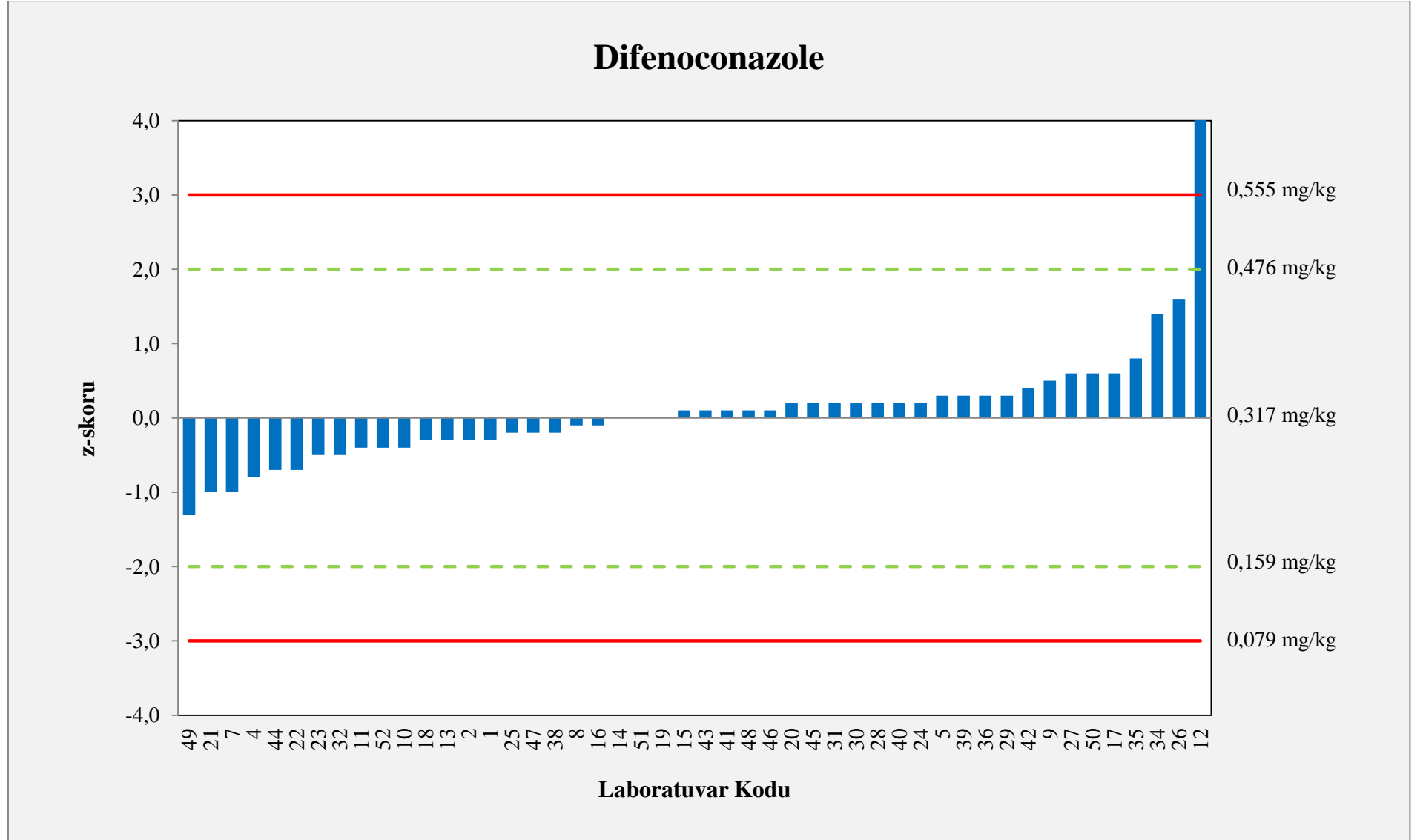
Şekil 2. Chlordane, trans- için z-Skorları Histogramı



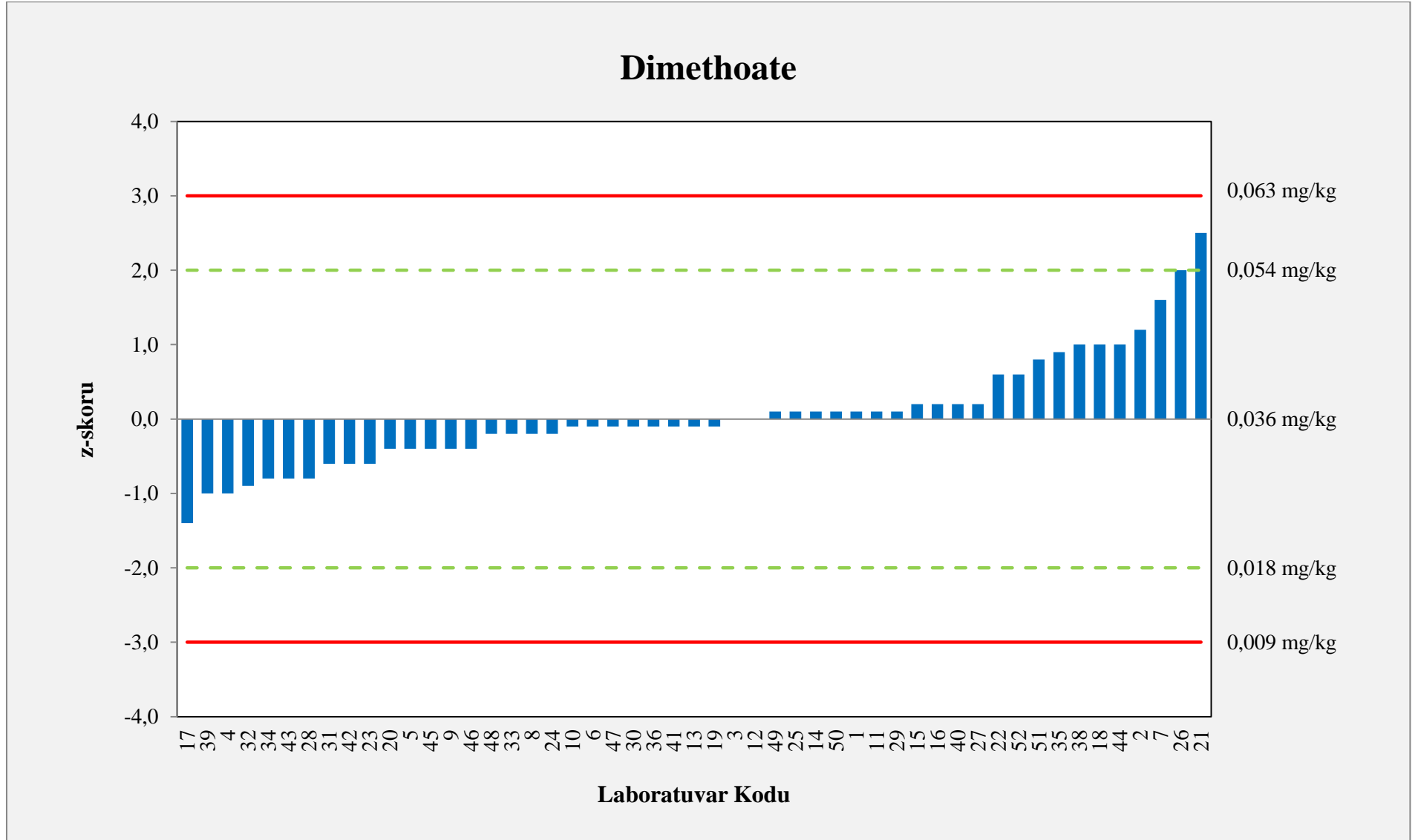
Şekil 3. Clofentezine için z-Skorları Histogramı



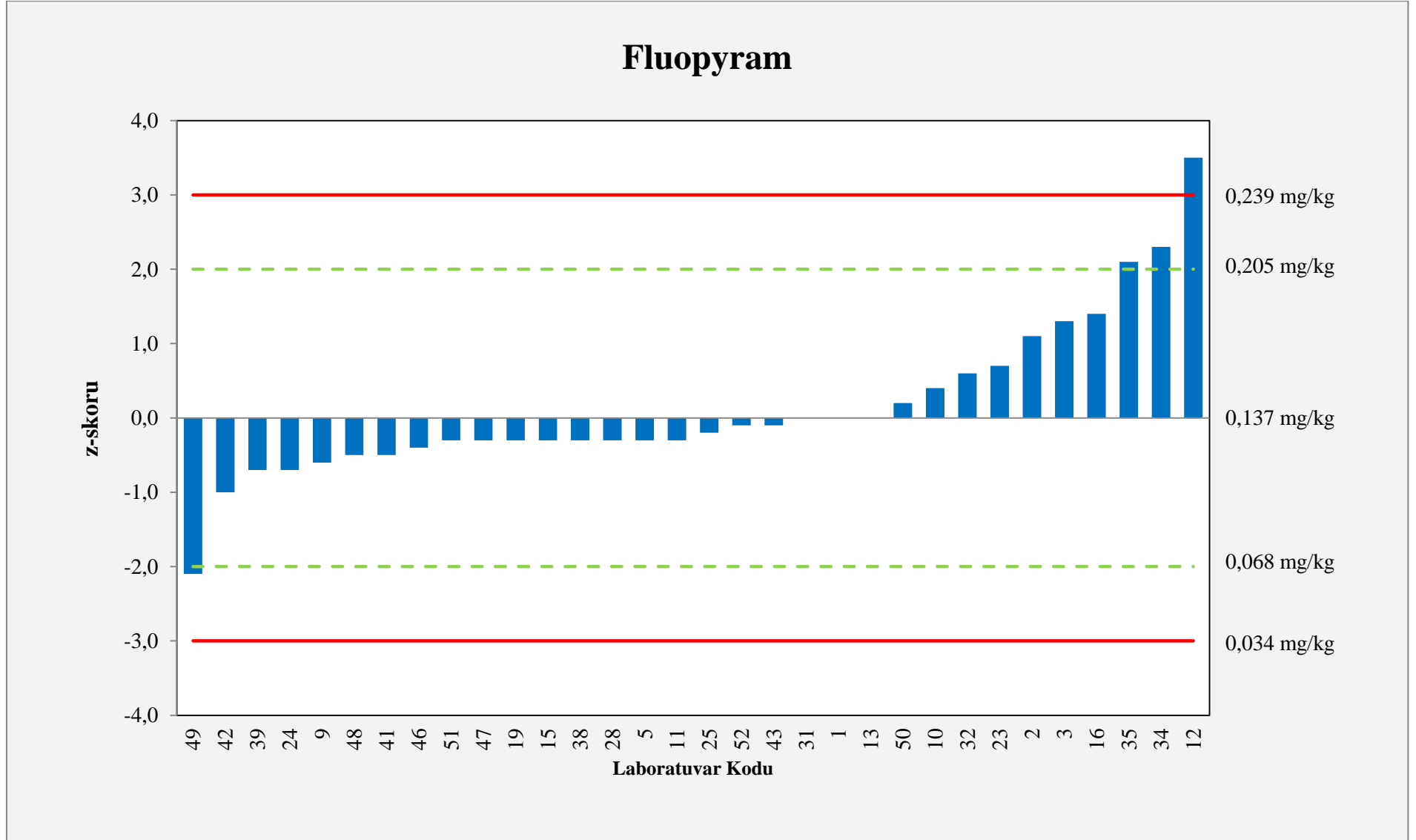
Şekil 4. DDD, p,p'- için z-Skorları Histogramı



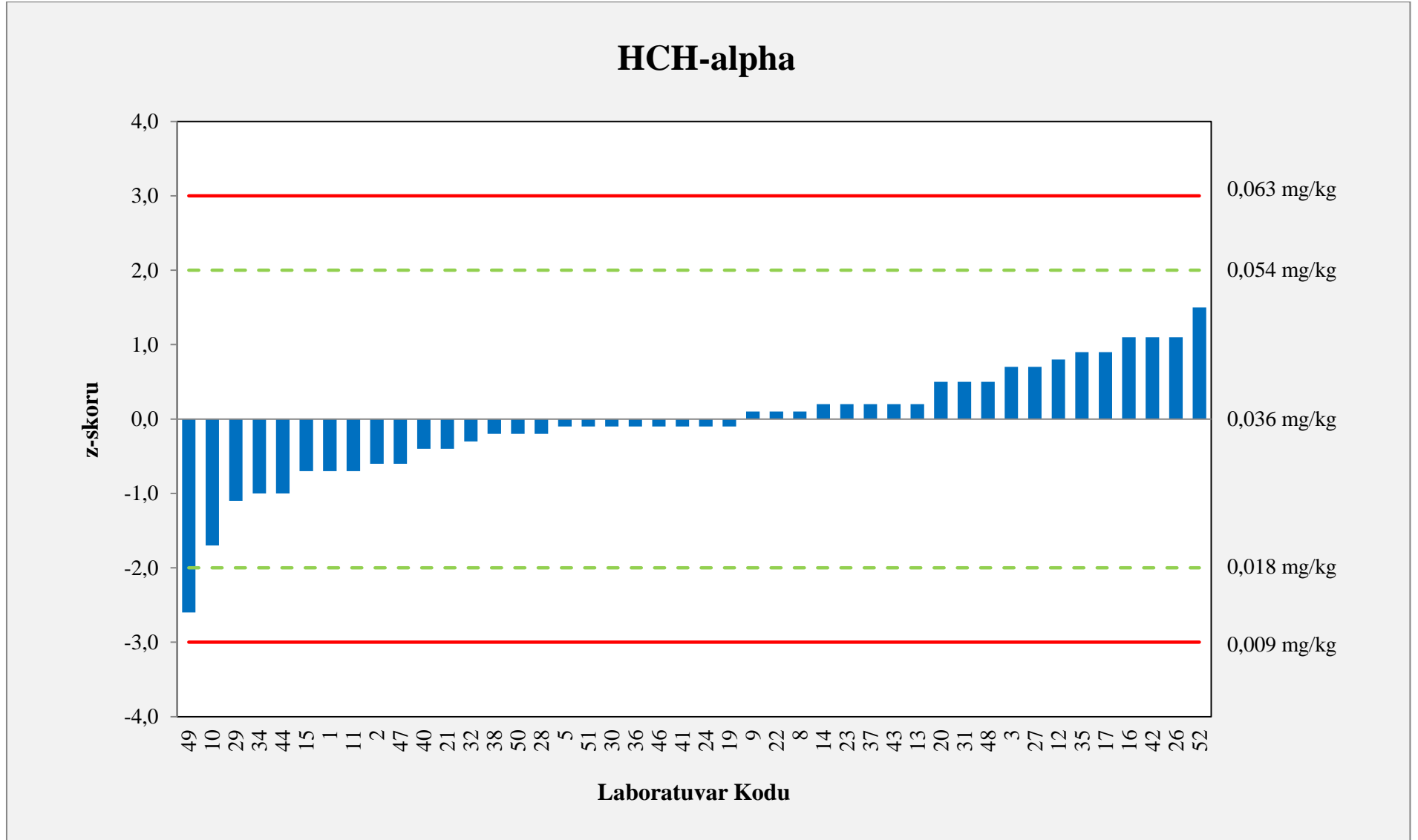
Şekil 5.Difenoconazole için z-Skorları Histogramı



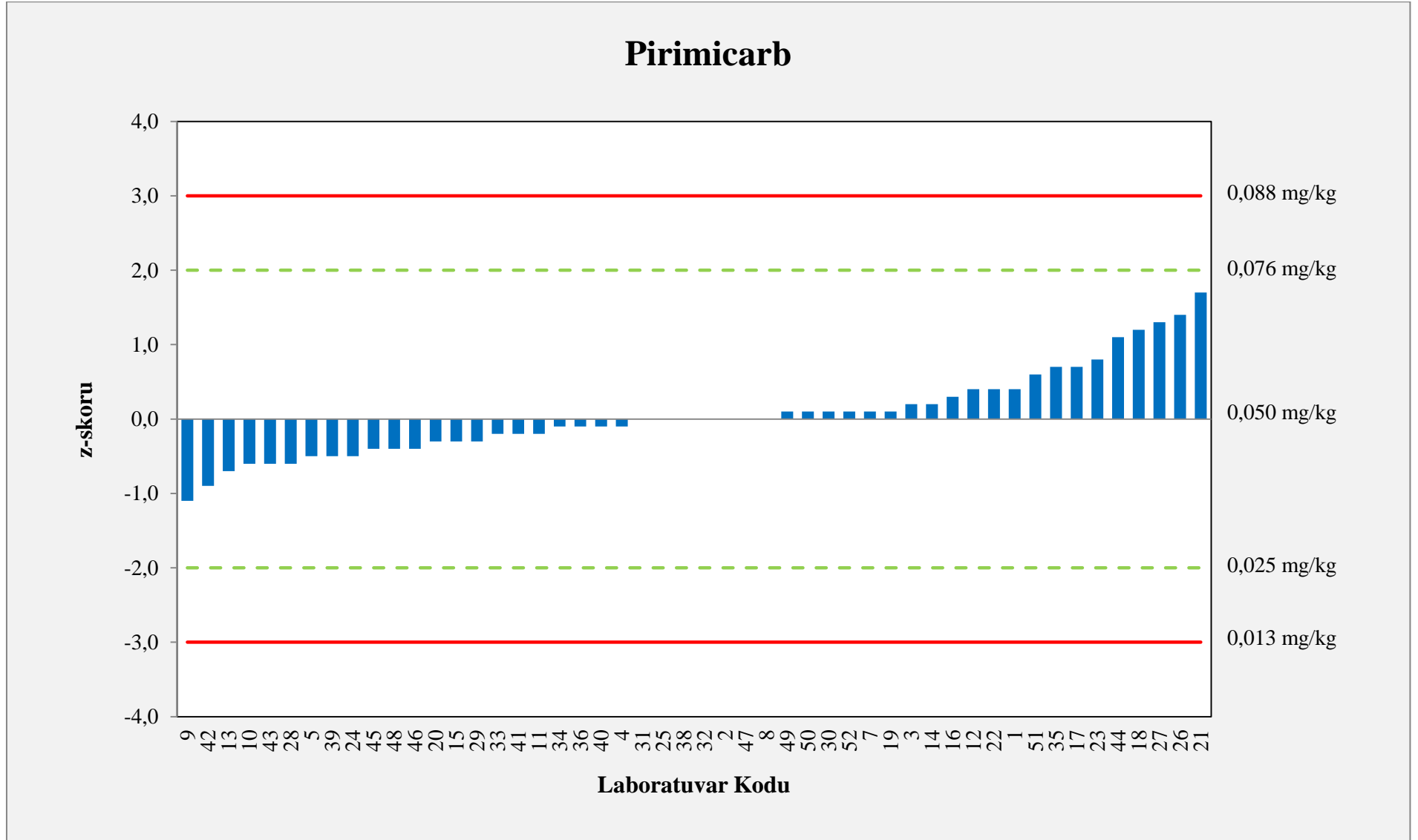
Şekil 6. Dimethoate için z-Skorları Histogramı



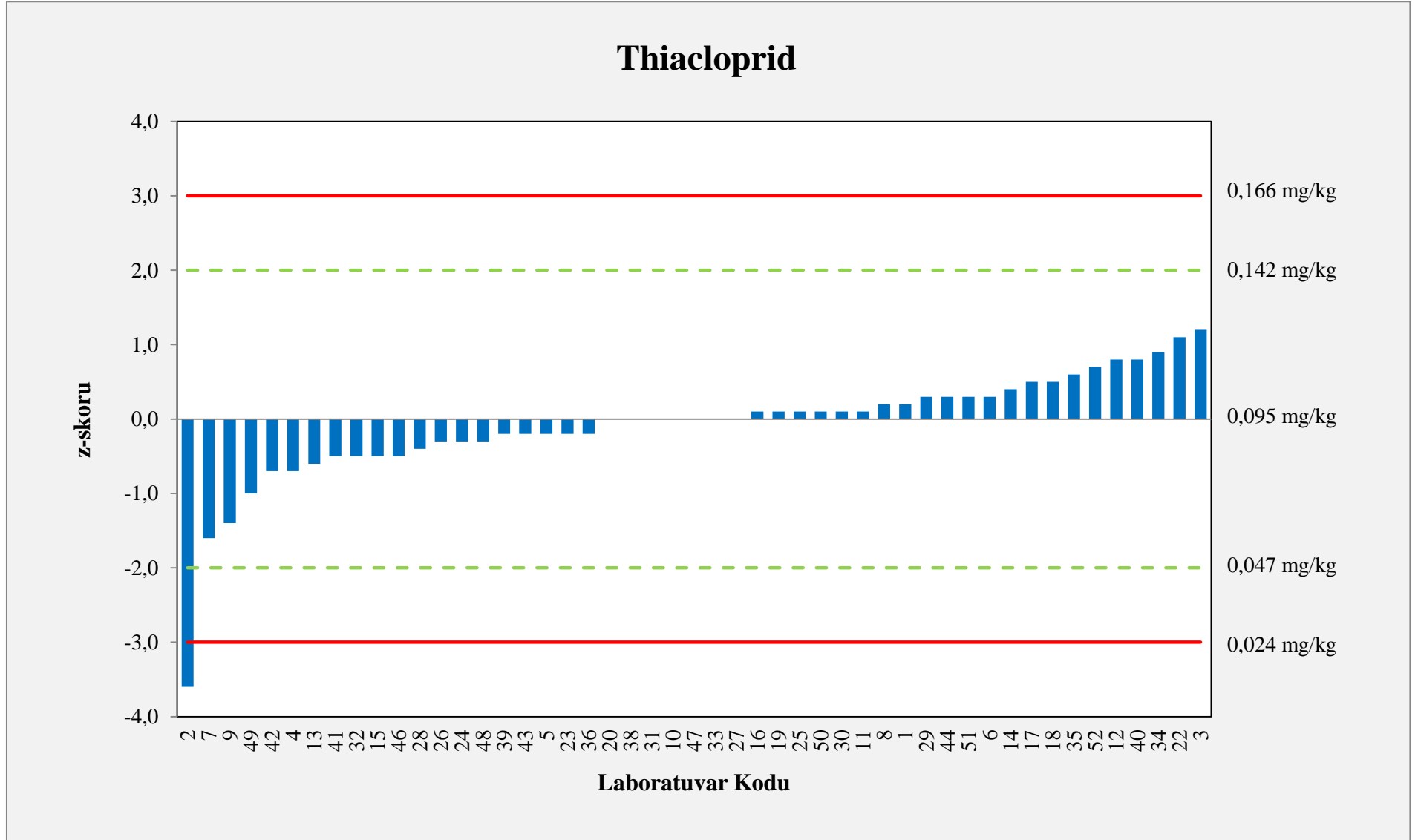
Şekil 7.Fluopyram için z-Skorları Histogramı



Şekil 8.HCH-alpha için z-Skorları Histogramı



Şekil 9.Pirimicarb için z-Skorları Histogramı



Şekil 10.Thiacloprid için z-Skorları Histogramı

6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 15’te sunulmaktadır.

Tablo 15. Katılımcı analiz bilgileri

Akredite metot	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 03 04 05 06 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 22 23 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 44 45 46 47 48 49 50 51
Hayır	07 21 24 43 52
Metot Kaynağı	Laboratuvar Kodu
AOAC Official Method 2007.01	01 03 04 05 06 10 11 12 13 14 15 16 17 19 20 21 22 23 24 26 27 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 42 43 44 48 49 52
J AOAC Int Vol:90 No:2 2007	18 50
TS EN 15662; AOAC 2007.01	47
EN 15662	08 25 28 41 45 46 51
DFG S 19	09
Bildirilmedi	02 07
Geri kazanım değeri test materyali ile aynı zamanda çalışılarak mı tespit edildi?	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 03 05 06 08 09 14 15 16 17 19 23 24 25 26 28 29 30 31 33 35 36 38 40 41 43 44 46 47 48 51 52
Hayır	07 10 11 12 13 18 21 27 32 37 45 49 50
Bildirilmedi	04 20 22 34 39 42
Geri kazanımda yapılan standart ilavesi (mg/kg)	Laboratuvar Kodu
$\geq 0,01$ - $< 0,025$	02 03 07 18 21 33 36 37 40 48
$\geq 0,025$ - $< 0,05$	44 52
$\geq 0,05$ - $< 0,1$	05 06 08 17 19 23 24 26 31 35 38 41 46 47 51
$> 0,1$	01 09 14 15 16 25 28 43 45
$\geq 0,01$ - $< 0,05$	10
$\geq 0,005$ - $< 0,01$	32 30
Bildirilmedi	01 04 11 12 13 20 22 27 29 34 39 42 49

Geri kazanımda yapılan standart ilavesi hangi aşamada yapıldı?	Laboratuvar Kodu
Ekstraksiyondan önce	01 02 03 05 06 08 09 10 14 15 16 17 18 19 21 22 23 24 25 26 28 31 32 33 35 36 37 38 40 41 43 46 47 48 51 52
Cihaza verilmeden önce	07
Bildirilmedi	04 11 12 13 20 27 29 30 34 39 42 44 45 49 50
Türevlendirme	Laboratuvar Kodu
Evet	05
Hayır	01 02 03 06 07 08 09 10 11 14 15 16 17 18 19 21 23 24 25 26 28 29 31 32 33 35 36 37 38 40 41 43 45 46 47 48 49 51 52
Bildirilmedi	04 12 13 20 22 27 30 34 39 42 44 50
Kalibrasyon yöntemi	Laboratuvar Kodu
Çok noktalı	13
Matriks uyumlu	03 04 08 14 18 19 20 21 23 29 30 37 44 45 47
Solventte	09
Matriks uyumlu, Çok noktalı	01 02 10 15 16 24 26 27 28 31 32 33 35 36 38 40 41 43 46 49 50 51 52
Matriks uyumlu, Solventte	22
Matriks uyumlu, Tek noktalı	11
Standart ekleme-Çok noktalı	07 34
Standart ekleme, Matriks uyumlu, Çok noktalı	05 06 12 17 39 42
Standart ekleme, Matriks uyumlu, Solventte, Çok noktalı	25 48
Internal standart kullanımı	Laboratuvar Kodu
Evet	01 06 08 09 17 28 30 41 45 46 47
Hayır	02 03 04 05 07 10 11 12 13 14 15 16 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 29 31 32 33 34 35 36 37 38 42 43 48 49 50 51 52
Bildirilmedi	39 40 44
Internal standart adı	Laboratuvar Kodu
Aldrin	09
Diethyl-ethyl (DEE)	30 47
Ethoprophos	06
TPP	01 02 08 17 28 41 46
TPP-ACN	45

GC Metodu-Numune ağırlığı (g)	Laboratuvar Kodu
>=5 - <10	44
>=10 - <20	01 02 03 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 26 27 28 29 30 31 32 33 35 36 37 38 39 40 41 42 43 45 46 47 48 49 50 51 52
15	34
>=20 - <50	09
Bildirilmedi	04 25
GC Metodu-Ekstraksiyon solventleri	Laboratuvar Kodu
Asetonitril	08 28 32 41 42 43 44 45 46 47 50
% 1 Asetik asitli Asetonitril	01 02 03 05 06 07 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 26 27 29 30 31 33 34 35 36 37 38 39 40 48 49 52
Aseton	09
Bildirilmedi	04 25 51
GC Metodu- pH ayarlaması	Laboratuvar Kodu
Evet	05 09 28 41 43 44 46
Hayır	01 02 03 06 07 08 10 11 12 13 14 15 16 18 19 20 21 22 23 24 26 27 29 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 42 45 47 48 49 50 51 52
Bildirilmedi	04 17 25 30
GC Metodu-Ekstraksiyon yöntemi	Laboratuvar Kodu
QuEChERS	01 02 03 05 06 07 08 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 46 47 48 49 50 51 52
Sıvı-sıvı dağılımı	45
QuEChERS DFG S-19	09
Bildirilmedi	04 25

GC Metodu-Safıştırma yöntemi	Laboratuvar Kodu
GPC/HPGPC	09 45
QuEChERS temizleme kiti	13
PSA	34
SPE (dispersive)	01 02 03 05 08 10 12 14 15 16 18 19 22 23 26 27 28 30 31 32 32 34 35 36 38 40 41 42 43 44 46 47 49
SPE (kolon, kartuş)	17 20 33 37 50
SPME	21
Yok	06 07 11 24 29 39 48 51 52
Bildirilmedi	04 25
GC Metodu-SPE sorbent tipi	Laboratuvar Kodu
C18	22
PSA	01 02 03 05 08 12 14 15 16 17 18 19 20 21 23 26 27 28 30 31 32 33 35 36 37 38 40 41 42 43 44 46 47 49 50 51 52
Bildirilmedi	04 06 07 09 10 11 13 24 25 29 34 39 45 48
GC Metodu-Kolon dolgu materyali	Laboratuvar Kodu
95% methyl 5% phenylpolysiloxane	01 02 03 05 06 10 11 13 14 16 17 18 19 20 21 26 27 28 30 31 32 33 35 36 37 40 41 42 43 44 46 48 49 51 52
65% methyl 35% phenylpolysiloxane	08 09 38 47
50% methyl 50% phenylpolysiloxane	15
5% diphenyl 95% dimethylpolyoxane	23
HP-5MS	24
Silisyum dioksit- C18	34
Bildirilmedi	04 07 12 22 25 29 39 45 50

GC Metodu-Kolon sıcaklığı (°C)	Laboratuvar Kodu
30	34
40-300	33
50	21 38
50-280	16
60	40 45
60-310	43
70	36 39
70-280	12
70-290	05 28 41 46
70-300	24 48
70-325	32
80	52
80-320	15
90	17 19
90-280	03
90-310	11
100	35
250	10 23
280	01 18
285	14
300	42 49
310	51
350	13 37
Gradient	02 27
Bildirilmedi	04 06 07 08 09 20 22 25 26 29 30 31 44 47 50
GC Metodu-Dedektör tipi	Laboratuvar Kodu
MS	01 04 05 06 12 13 15 17 20 21 23 28 30 31 33 36 37 39 41 42 45 46 48 52
MS-MS	02 03 07 08 10 11 14 16 19 22 24 26 27 32 34 35 38 40 43 47 49 50 51
ECD ve MS	09 18
Bildirilmedi	25 29 44

GC Metodu-Enjeksiyon hacmi (μ L)	Laboratuvar Kodu
1	06 13 16 18 19 20 27 38 52
2	02 03 08 09 10 11 14 17 21 22 23 24 26 33 35 36 37 39 43 44 49 50 51
3	05 32 47
4	45
5	12 15 28 29 30 40 41 42 46 48
10	01
20	31 34
Bildirilmedi	04 07 25
LC Metodu-Numune ağırlığı (g)	Laboratuvar Kodu
≥ 5 - < 10	04 44
≥ 10 - < 20	01 02 03 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 35 36 38 39 40 41 42 43 45 46 47 48 49 50 51 52
15	34
≥ 20 - < 50	09
Bildirilmedi	37
LC Metodu-Ekstraksiyon solventleri	Laboratuvar Kodu
Asetonitril	04 08 09 28 32 41 42 43 44 45 46 47 50
% 1 Asetik asitli Asetonitril	01 02 03 05 06 07 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 29 30 31 33 34 35 36 38 39 40 48 49 52
2 Mm Amonyum asetatlı su	51
Bildirilmedi	37
LC Metodu- pH ayarlaması	Laboratuvar Kodu
Evet	05 09 14 28 41 43 44 46
Hayır	01 02 03 04 06 07 08 10 11 12 13 15 16 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 29 31 32 33 34 35 36 38 39 40 42 45 47 48 49 50 51 52
Bildirilmedi	17 30 37
LC Metodu-Ekstraksiyon yöntemi	Laboratuvar Kodu
QuEChERS	01 02 03 04 05 06 07 08 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 38 39 40 41 42 43 44 46 47 48 49 50 51 52
Sıvı-sıvı dağılımı	45
DFG S-19	09
Bildirilmedi	37

LC Metodu-Saflaştırma yöntemi	Laboratuvar Kodu
GPC/HPGPC	09 45
QuEChERS temizleme kiti	13
PSA	34
SPE (dispersive)	01 02 03 04 05 08 10 12 14 15 16 18 19 22 23 25 26 27 28 30 31 32 32 34 35 36 38 40 41 42 43 44 46 47 49
SPE (kolon, kartuş)	17 20 33 50
Yok	06 07 11 21 24 29 39 48 51 52
Bildirilmedi	37
LC Metodu-SPE sorbent tipi	Laboratuvar Kodu
C18	22
PSA	01 02 03 04 05 08 12 14 15 16 17 18 19 20 23 25 26 27 28 30 31 32 33 35 36 38 40 41 42 43 44 46 47 49 50 51 52
Bildirilmedi	06 07 09 10 11 13 21 24 29 34 37 39 45 48
LC Metodu-Kolon dolgu materyali	Laboratuvar Kodu
C18	01 02 03 04 05 06 08 09 10 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 23 24 25 26 27 28 30 31 32 33 35 36 38 40 41 42 43 44 46 47 48 49 51 52
Metilfenilsilil	34
Bildirilmedi	07 11 22 29 37 39 45 50
LC Metodu-Kolon sıcaklığı (°C)	Laboratuvar Kodu
Oda sıcaklığı	27
23	45
25	13 52
30	11 19 35 40
35	10 21 26 28 36 39 41 46 48
40	02 05 12 15 16 17 18 20 23 25 30 31 33 38 42 49 50 51
45	32 43
50	01 03 14 24
Bildirilmedi	04 06 07 08 09 22 29 34 37 44 47

LC Metodu-Dedektör tipi	Laboratuvar Kodu
MS	04 34
MS-MS	01 02 03 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 30 31 32 33 35 36 38 39 40 41 43 45 46 47 48 49 50 51 52
Bildirilmedi	18 29 37 42 44

LC Metodu-Enjeksiyon hacmi (µL)	Laboratuvar Kodu
1	20 43
2	06 08 10 12 21 39 49
3	47
4	29
5	02 15 16 22 28 32 38 48 50
10	01 05 11 18 25 26 27 33 35 36 41 42 46 51 52
20	03 09 13 14 17 19 23 30 31 34 40 44
25	45
50	04 24
Bildirilmedi	07 37

LC Metodu-Mobil Faz Bileşenleri	Laboratuvar Kodu
5 mM Amonyum format (0,1 % FA)	08 47
Amonyum format, ACN	40
MeOH, Su	02 05 24
MeOH (5 mM Amonyum formate) - Su (5 mm Amonyum formate)	16 17 20 23 25
MeOH, Su, Formik asit	32
Amonyum format, MeOH, Su	01 09 15 26 27 28 31 41 43 45 46
Amonyum format, Formik asit, MeOH	29 39
Amonyum format, ACN, Formik asit, MeOH	12
Amonyum format, MeOH, Su, Formik asit	11 13 33 34 35 36 38 48 49 52
Amonyum asetat, MeOH, Su	03
95:5 Su-MeOH (2 mM Amonyum format), 95:5 MeOH- Su (2 mM Amonyum format)	19
95:5 Su-MeOH (2 mM Amonyum asetat), 95:5 MeOH- Su (2 mM Amonyum asetat)	51
Bildirilmedi	04 06 07 10 14 18 21 22 30 37 42 44 50

7. GÖZLEMLER

Pestisit analizi yapan 52 adet kamu ve özel laboratuvarın katılımıyla gerçekleştirilen “PES011 Elma Püresinde Pestisit Aranması Yeterlilik Testi Çevrimi” sonuçlarına göre; uygun performans ($|z| \leq 2$) oranları Bromopropylate için % 96, Chlordane, trans- için % 92, Clofentezine için % 88, DDD, p,p'- için % 87, Difenconazole için % 98, Dimethoate için % 98, Fluopyram için % 88, HCH-alpha için % 98, Pirimicarb için % 100, Thiacloprid için % 98 olarak tespit edilmiştir (Tablo 7). Sorgulanabilir performans ($2 < |z| < 3$) oranları Clofentezine için % 6, DDD, p,p'- için % 2, Dimethoate için % 2, Fluopyram için % 9, HCH-alpha için % 2 iken, uygun olmayan performans ($|z| > 3$) oranları Bromopropylate için % 4, Chlordane, trans- için % 8, Clofentezine için % 6, DDD, p,p'- için için % 11, Difenconazole için % 2, Fluopyram için % 3, Thiacloprid için % 2'dir.

Fluopyram için çevrime katılan 52 katılımcıdan sadece 32 tanesi ilgili aktif maddenin analiz edildiğini bildirerek sonuç iletmıştır. Fluopyram, GKGM tarafından Haziran 2018 tarihine kadar yapılması zorunlu hale getirilen 329 aktif maddelik listede yer almaktadır ve Türkiye’de birçok üründe kullanım için ruhsat almış bir aktif maddedir. Bu aktif maddenin analizinin yapılabilir hale getirilmesi önem taşımaktadır.

DDD, p,p'- için iletilen sonuçlar incelendiğinde, 52 katılımcının 45 tanesinin sonuç verdiği, 7 tanesinin ilgili aktif maddeyi analiz etmediği görülmektedir. Gönderilen sonuçlar içerisinde 3 katılımcı test materyalinde DDD, p,p'- için yanlış negatif (Tespit edilemedi) sonuç vermiştir. Bu 3 katılımcının DDD, p,p' aktif maddesi yerine, diğer DDT metabolitleri olan DDT, o,p'- ve DDT, p,p'- için yanlış pozitif sonuç verdikleri görülmektedir. İlgili laboratuvarların metotlarını gözden geçirerek DDT metabolitlerine ait alıkonma sürelerini yeniden gözden geçirmeleri gerekmektedir.

“Chlordane, trans-” için iletilen sonuçlar incelendiğinde, sadece bir laboratuvarın hem “Chlordane, trans-” hem “Chlordane, cis-” sonucu verdiği, bunun dışında chlordane izomerleri arasında alıkonma süresi karışıklığı olmadığı görülmektedir. 2017 yılının ikinci çevrimi olan PES009 Buğdayda Pestisit Aranması Yeterlilik Testi’nde test materyaline “Chlordane, cis-” konulmuş ve bu çevrimde “Chlordane, cis-“ ve “Chlordane, trans-” için alıkonma süresi karışıklığı olan birçok laboratuvar için, çevrim sonrasında düzenlenen düzeltici/önleyici faaliyetlerle bu yanlışlık düzeltilmiştir. Bu çevrimde, “Chlordane, trans-“ için, bir laboratuvarın her iki izomer için de sonuç vermesi dışında, alıkonma süresi karışıklığı olmaması gerçekleştirilen düzeltici/önleyici faaliyetlerin amacına ulaştığını göstermektedir.

8. REFERANSLAR

- 1 TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Deęerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İin Genel Őartlar
- 2 ISO 13528 Statistical Methods For Use in Proficiency Testing By Interlaboratory Comparisons
- 3 GKGM'nin kamu laboratuvarları iin 21/08/2015 tarih 28226 sayılı; zel laboratuvarlar iin 21/08/2015 tarih 28231 sayılı yazısı
- 4 Analytical Methods Committee, Robust statistics–how not to reject outliers. Part 1. Basic concepts, Analyst, 1989, Vol.114,1693-1697.